

JAIR BALTAZAR RODRIGUES

Determinação da Parte Imaginária da Dispersão Anômala de Raios-X em Germânio

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal do Paraná, como requisito à obtenção do grau de Mestre em Ciências.

CURITIBA
1990



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

ATA DA DEFESA DE TESE DE MESTRADO DO SR. JAIR BALTAZAR RODRIGUES

Título da Tese: "DETERMINAÇÃO DA PARTE IMAGINÁRIA DA DISPERSÃO
ANÔMALA DE RAIOS-X EM GERMÂNIO"

Em sessão pública de defesa de tese, iniciada
às 15:30 horas, nesta data, após um seminário sobre o assunto da
tese e arguição pela banca, esta decidiu atribuir Conceito A.

Curitiba, 26 de julho de 1990.

Banca Examinadora:

Prof. CESAR CUSATIS
Presidente - UFPR

Prof. ANTONIO RICARDO DROHER RODRIGUES
IFQSC/USP

Prof. ODAIR DIAS GONÇALVES
UFRJ

À minha companheira Marcia
e aos meus filhos Mariana ,
Samuel e Audrey .

Este trabalho foi financiado pela FINEP , CNPq
e UFPR , a quem agradeço o apoio .

AGRADECIMENTOS

Quero registrar aqui a minha gratidão , admiração e respeito ao Prof. Cesar Cusatis , pela orientação nesse trabalho , pelas discussões e pela amizade oferecidas desde os tempos da graduação .

Agradeço ao Prof. Irineu Mazzaro , por todas as informações que me deu sobre o germânio utilizado para a confecção das amostras , bem como , por todas as discussões que tanto auxiliaram .

Agradeço também aos Professores René Robert e Rodolfo Uhlmann , ao técnico Sergio Luis Henke , pela ajuda que deram à confecção das amostras . Ao Prof. Vicente Dumke , por ter permitido o uso do seu laboratório para verificar as características das superfícies das amostras .

Quero em especial , agradecer aos engenheiros eletrônicos : Francisco da Silva Tavares , Marlio J. do Couto Bonfin e Luis Cezar Navarro , ao técnico em mecânica Carlos Klimpovuz , a Luis Roberto Baracho Rocha , Antonio Adilson Lovato , Luis Osvaldo de Andrade , Paulo Cesar Roman e a secretária do grupo , Rosalinda Raquel Pereira de Oliveira , pela contribuição que cada um deu para a realização desse trabalho .

Agradeço também ao Dr. D. H. Templeton , do Lawrence Berkeley Laboratory , da Universidade da Califór-

nia , Berkeley , que nos enviou os disquetes com uma versão do programa de Cromer e Liberman , para o cálculo de f'' e μ/ρ , o qual foi utilizado neste trabalho para obter os valores dessas grandezas .

ÍNDICE

	pg
LISTA DE FIGURAS	vii
LISTA DE TABELAS.....	ix
RESUMO.....	xi
ABSTRACT.....	xii
CAPÍTULO I — INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO II — INTERAÇÃO DE RAIOS-X COM A MATÉRIA	
II.1 INTRODUÇÃO.....	04
II.2 PROCESSOS DE INTERAÇÃO	10
II.2.1 ABSORÇÃO FOTOELÉTRICA.....	10
II.2.2 ESPALHAMENTO COERENTE	11
II.2.3 ESPALHAMENTO INCOERENTE	15
CAPÍTULO III — PARAMETROS DE INTERAÇÃO PARA O GERMANIO	
III.1 ABSORÇÃO FOTOELÉTRICA.....	16
III.2 ESPALHAMENTO COERENTE.....	17
III.3 ESPALHAMENTO INCOERENTE	19
III.4 VALORES EXISTENTES E CALCULADOS	20

CAPÍTULO IV — PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
IV.1 ESTRATÉGIA.....	23
IV.2 AMOSTRAS.....	25
IV.3 RESOLUÇÃO DE ENERGIA.....	30
IV.4 ARRANJO EXPERIMENTAL.....	35
IV.5 MEDIDAS DE ATENUAÇÃO.....	40
 CAPÍTULO V — RESULTADOS E CONCLUSÕES.....	 52
 APÊNDICE A. —DADOS DAS MEDIDAS DE ATENUAÇÃO.....	 72
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 89

LISTA DE FIGURAS

01 — Gráfico da curva de reflexão(rocking curve) da amostra , reflexão Ge(333) , antes e depois do ataque químico(etching)	30
02 — Gráfico da análise espectral da $\text{CuK}\alpha_1$	33
03 — Composição espectral da raia $\text{MoK}\alpha$	34
04 — Composição espectral da raia $\text{AgK}\alpha$	34
05 — Arranjo experimental para as raia do cobre.....	36
06 — Arranjo experimental para as raia do Mo e da Ag...	36
07 — Diagrama de Kossel para o silício orientado na direção (111).....	41
08 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{CuK}\alpha_1$	46
09 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{CuK}\alpha_1$	46
10 — Gráfico de repetitividade da estrutura feito com raia $\text{CuK}\alpha_1$	47
11 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{CuK}\beta$	47
12 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{CuK}\beta$	48
13 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{AgK}\alpha_1$	48
14 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{AgK}\alpha_1$	49
15 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{AgK}\beta$	49
16 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{MoK}\alpha_1$	50
17 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{MoK}\alpha_1$	50
18 — Gráfico da busca de estruturas com a raia $\text{MoK}\beta$	51

19 — Gráfico da curva de absorção fotoelétrica	70
20 — Gráfico das diferenças entre a absorção fotoelétrica de origem teórica e experimental do germânio.....	71
21 — Gráfico das diferenças entre a absorção fotoelétrica de origem teórica e experimental do germânio e do cobre.....	71

LISTA DE TABELAS

III.1 — Valores existentes da absorção fotoelétrica.....	20
III.2 — Valores dos espalhamentos Coerente e incoerente , existentes e calculados para o presente trabalho.....	20
V.1 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{CuK}\alpha_1$	54
V.2 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{CuK}\beta$	55
V.3 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{MoK}\alpha_1$	56
V.4 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{MoK}\beta$	57
V.5 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{AgK}\alpha_1$	58
V.6 — Valores medidos da atenuação para a raia $\text{AgK}\beta$	59
V.7 — Valores médios da atenuação medida por raia , erro relativo e numero de medida.....	60
V.8 — Valores da atenuação expressos em grandezas e unidades comumente utilizadas.....	60
V.9 — Valores medidos da atenuação , dos espalhamentos coerente e incoerente calculados e da absorção fotoelétrica resultante.....	61
V.10— Valores da absorção fotoelétrica expressos em grandezas e unidades comumente utilizadas.....	61
V.11— Comparação entre os valores medidos de atenuação..	62
V.12— Comparação entre os valores da absorção fotoelétrica de origem experimental e teóricos.....	62

V.13—	Comparação entre os valores de f''	63
V.14—	Valores da parte imaginária dos coeficientes da expansão de Fourier da susceptibilidade elétrica.....	63

RESUMO

O coeficiente de atenuação linear do germânio foi medido para seis comprimentos de onda característicos da região de raios-x , com precisão entre 0,1% e 0,3% .

A absorção fotoelétrica foi obtida , subtraindo dos valores da atenuação os espalhamentos Compton e térmico difuso envolvidos .

A partir do valor da absorção fotoelétrica , foi calculada a parte imaginária do fator de espalhamento atômico , com precisão da mesma ordem que a da atenuação , para os seis comprimentos de onda .

Os resultados obtidos foram comparados com os valores mais recentes disponíveis na literatura .

O método utilizado para medir a atenuação , tenta evitar a presença da difração nas medidas .

ABSTRACT

The linear attenuation coefficient of germanio was measured for six characteristic wavelenghts of the x-rays region , with precison between 0,1% and 0,3% .

The photoeletic absorption was obtained subtracting from the attenuation the values of the Compton and thermal diffuse scattering involved .

From the photoeletic absorption values , the imaginary part of the atomic scattering factor was calculated , with the same order of precision as the attenuation , for those six wavelenghts .

The results were compared with the most recent existing values .

The method used for the attenuation measurements try to avoid the existence of diffractation in the measurements .

CAPITULO I

INTRODUÇÃO

Para uma onda eletromagnética interagindo com um meio material , a dispersão é caracterizada pela dependência do índice de refração com a frequência dessa onda .

Se para um aumento na frequência da onda incidente ocorrer um aumento no índice de refração , a dispersão nesse caso é chamada de "normal" . Caso contrário , se o índice de refração diminuir com o aumento da frequência a dispersão é então chamada de "anômala" .

A dispersão anômala ocorre quando a energia da onda incidente for fortemente absorvida . E isso se dá quando a frequência dessa onda coincidir ou estiver muito próxima da frequência de ressonância dos dipolos oscilantes atômicos , segundo a descrição clássica . Do ponto de vista quântico , isso se dá quando um fóton interage com um elétron ligado e transfere para ele toda a sua energia , e com isso , deixando excitado o átomo ao qual estava ligado esse elétron .

Num meio dispersivo , na região de dispersão anômala , tanto a velocidade de fase quanto a de grupo podem

exceder c (a velocidade da luz no vácuo) , porém , a velocidade de propagação da energia no meio se dá pela velocidade de sinal , de acôrdo com Stratton⁽¹⁾ , e não ultrapassa c .

O índice de refração e o fator de espalhamento atômico (grandeza que mede a capacidade de espalhar radiação de um átomo) , devem ter um termo adicional devido a presença da absorção quando uma onda eletromagnética interage com um meio material . Por isso , essas grandezas são escritas na forma complexa , onde a parte imaginária está relacionada com a absorção fotoelétrica e representa a diferença de fase entre as ondas secundárias geradas pelos dipolos e as primárias da frente de onda excitadora .

A determinação da dispersão anômala pode ser obtida a partir dos valores da parte imaginária do índice de refração ou da parte imaginária do fator de espalhamento atômico . Para isso , é necessário saber quanto o meio absorve em cada frequência . Na região de raios-x , para se determinar a absorção , é preciso medir a atenuação que esse meio provoca num feixe de raios-x de determinada frequência ou energia , e descontar da atenuação a quantidade de energia retirada do feixe por outros processos de interação . Feito isso , pode-se então determinar a dispersão anômala para aquelas energias escolhidas .

Os valores existentes na literatura para o germânio , da atenuação , absorção fotoelétrica e da parte imaginária do fator de espalhamento atômico , apresentam discrepâncias quando comparados entre si , tanto os de origem teórica quanto os experimentais .

Este trabalho tem o objetivo de medir a atenuação , determinar a absorção fotoelétrica e a parte imaginária do fator de espalhamento atômico , para o germânio , com precisão de 0,1% para seis raias características da região de raios-x , no intervalo de energia entre 8 Kev e 25 Kev .

A interação de raios-x com a matéria e os processos pelos quais ela se dá . são discutidos com mais detalhes no capítulo II .

No capítulo III , está a descrição do método adotada para se obter os outros parâmetros de interação , os valores existentes na literatura desses parâmetros , bem como , a comparação entre eles . A parte experimental , as estratégias de medidas e cuidados para a obtenção da precisão esperada , estão no capítulo IV . Os resultados e as conclusões , no capítulo V .

Os dados das medidas de atenuação , estão no apêndice A .

CAPÍTULO II

INTERAÇÃO DE RAIOS-X COM A MATÉRIA

II.1 ———INTRODUÇÃO

Para um feixe de raios-x que interage com um meio material , o índice de refração é escrito na forma complexa ,

$$n = n_r + i n_i , \quad [II.1]$$

onde n_r é a parte real e está relacionada com a mudança da velocidade de fase no meio e n_i é a parte imaginária , relacionada à absorção de radiação pelos átomos desse meio . De acôrdo com James⁽²⁾ , a relação entre o índice de refração e o fator de espalhamento atômico (na direção do feixe incidente) é dado por

$$n = 1 - (\lambda^2 e^2 / 2\pi m_e c^2) N f , \quad [II.2]$$

onde λ é o comprimento de onda da radiação incidente , e é a carga do elétron , c a velocidade da luz no vácuo , m_e a massa do elétron e N é o número de átomos por unidade de volume .

O fator de espalhamento atômico f é definido como

$$f = \frac{\text{amplitude da onda espalhada por um átomo}}{\text{amplitude da onda espalhada por elétron livre}} \quad [\text{II.3}]$$

Para radiação com frequência muito diferente de qualquer frequência de absorção atômica , o valor de f se aproxima de Z (número atômico) , quando o espalhamento é na direção do feixe incidente .

Devido a dispersão , segundo a teoria de espalhamento não-relativística , de acôrdo com James⁽²⁾ , f pode ser escrito como

$$f = f_0 + f' + if'' \quad , \quad [\text{II.4}]$$

onde $f_0 = Z$ quando o espalhamento é na direção do feixe incidente , f' e f'' são as correções de dispersão . A parte real de f ($f_0 + f'$) , corresponde a parte real do índice de refração , e f'' à parte imaginária . Assim , f'' está ligado a absorção de radiação pelos átomos . As correções de dispersão assumem valores absolutos máximos quando a frequência ou a energia da radiação incidente coincidir com a das bordas de absorção ou frequências de ressonância dos átomos ; isso porque f' e f'' dependem da frequência da radiação incidente . Quando isso ocorre , a absorção fotoelétrica é o processo dominante de interação , e os outros processos são muito pequenos em relação a ela .

A absorção fotoelétrica e os outros processos de interação (os espalhamentos coerente ou Rayleigh mais térmico difuso e incoerente ou Compton) , compõem a atenuação que um feixe de raios-x sofre quando atravessa uma amostra . A atenuação pode ser determinada a partir da lei de Lambert ,

$$I(\omega) = I_0(\omega)e^{-\mu(\omega)t} \quad [II.5]$$

ou

$$I(E) = I_0(E)e^{-\mu(E)t} . \quad [II.6]$$

Nessa equação , I é a intensidade do feixe que atravessa a amostra , I_0 é a intensidade do feixe incidente , ω é a frequência angular e E a energia da radiação incidente , $\mu(\omega)$ é o coeficiente de atenuação linear cujo valor depende dessa frequência e t é a espessura da amostra . Assim , conhecendo-se t e medindo-se I e I_0 , pode-se determinar $\mu(\omega)$ para as frequências escolhidas .

A intensidade da interação da radiação com um átomo isolado , pode ser obtida através da secção de choque de interação atômica total σ_{tot} , a qual está relacionada com o coeficiente de atenuação , de acordo com Agarwal⁽⁹⁾ , pela relação

$$\mu/\rho \text{ (cm}^2\text{/g)} = (N_A/M) \cdot \sigma_{tot} \text{ (cm}^2\text{/átomo)} \quad [II.7]$$

ou

$$\mu/\rho(\text{cm}^2/\text{g}) = (N_A/M) \cdot \sigma_{\text{tot.}} \times 10^{-24} (\text{barns}/\text{átomo}) , \quad [\text{II.8}]$$

onde N_A é o número de Avogrado , $6,02252 \times 10^{23}$ átomos / mol , M é o peso atômico relativo ao carbono (12,000) , barns é igual a 10^{-24} cm^2 , μ/ρ é o coeficiente de atenuação mássico , μ é o coeficiente de atenuação linear em cm^{-1} e ρ é a densidade em g/cm^3 .

Como $\sigma_{\text{tot.}}$ incorpora todos os processos de interação atômica , ele pode ser escrito como

$$\sigma_{\text{tot.}} = \tau + \sigma_{\text{coer.}} + \sigma_{\text{incoer.}} , \quad [\text{II.9}]$$

onde τ é a secção de choque de absorção fotoelétrica , $\sigma_{\text{coer.}}$ é a secção de choque de espalhamento coerente e $\sigma_{\text{incoer.}}$ é a de espalhamento incoerente .

Determinando-se experimentalmente o coeficiente de atenuação linear $\mu(\omega)$, e calculando-se as secções de choques de interação : $\sigma_{\text{coer.}}$ e $\sigma_{\text{incoer.}}$, é possível determinar a secção de choque de absorção fotoelétrica pois ,

$$\tau(\omega) = \sigma_{\text{tot.}}(\omega) - \sigma_{\text{coer.}}(\omega) - \sigma_{\text{incoer.}}(\omega) . \quad [\text{II.10}]$$

O valor do termo imaginário da correção de dispersão anômala do fator de espalhamento atômico f'' , está relacionado com a secção de choque de absorção fotoelétrica , de acordo com James⁽²⁾ , por

$$f''(\omega) = (\omega / 4\pi r_e c) \tau(\omega) \quad [\text{II.11}]$$

ou

$$f''(E) = (E / 2\pi r_e h c) \tau(E) , \quad [\text{II.12}]$$

onde h é a constante de Planck e r_e é o raio clássico do elétron ($r_e = e^2/mc^2$).

Assim, conhecendo-se a absorção fotoelétrica para uma determinada energia ou frequência, a parte imaginária do fator de espalhamento atômico pode ser determinada.

Como também, conhecendo-se a absorção para uma ampla faixa de frequências é possível determinar f' através da relação de Kramers-Kronig, apesar de algumas dificuldades, conforme Cusatis⁽⁴⁾.

No espalhamento de raios-x por um cristal, a permissividade ϵ e a susceptibilidade elétrica χ , conforme Azároff et al⁽⁵⁾, estão relacionados por

$$4\pi\chi = \epsilon - 1 \quad [\text{II.13}]$$

Na região de raios-x, onde os fótons tem energia maior que a das ligações dos elétrons, pode-se escrever que

$$\chi(\vec{r}) = -4\pi r_e \rho(\vec{r}) / |\vec{k}|^2 , \quad [\text{II.14}]$$

onde $\rho(\vec{r})$ é a densidade eletrônica do cristal na posição \vec{r} , \vec{k} é vetor de onda e $|\vec{k}| = 2\pi/\lambda$.

Como $\chi(\vec{r})$ e $\rho(\vec{r})$ tem a periodicidade da rede cristalina, a susceptibilidade pode ser expandida em série de Fourier.

$$\chi(\vec{r}) = \sum_{\vec{h}} \chi_{\vec{h}} \exp(-i2\pi\vec{h} \cdot \vec{r}) \quad [\text{II.15}]$$

com

$$\chi_{\vec{h}} = \frac{1}{V} \int_{\text{célula unitária}} \chi(\vec{r}) \exp(i2\pi\vec{h} \cdot \vec{r}) dV, \quad [\text{II.16}]$$

onde \vec{h} é um vetor da rede recíproca e V é o volume da célula unitária.

Para um cristal absorvedor de radiação, a susceptibilidade elétrica e os coeficientes da sua expansão de Fourier se tornam complexos:

$$\chi = \chi_r + i\chi_i, \quad [\text{II.17}]$$

$$\chi_h = \chi_{hr} + i\chi_{hi}, \quad [\text{II.18}]$$

$$\chi_o = \chi_{or} + i\chi_{oi}, \quad [\text{II.19}]$$

sendo que χ_{oi} está relacionado com absorção fotoelétrica, de acordo com Azároff et al.⁽⁵⁾, por

$$\chi_{oi} = -\frac{\lambda}{2\pi} (\rho N_a/M) \tau = -\mu_a/|\vec{k}|, \quad [\text{II.20}]$$

onde μ_a é o coeficiente de absorção linear.

II.2——PROCESSOS DE INTERAÇÃO

Os processos básicos de interação de raios-x com a matéria , já citados , são : Absorção fotoelétrica , espalhamento Rayleigh . espalhamento incoerente ou Compton e espalhamento térmico difuso (TDS) .

Da interação de um feixe de raios-x com um meio material , pode ocorrer como produto dessa interação , a produção de fluorescência de raios-x , foto-elétrons , espalhamento de fótons , elétrons Auger e elétrons Compton de recuo . A análise de cada uma dessas componentes pode fornecer informações a respeito da composição , da superfície e da estrutura eletrônica da amostra : o que tem grande aplicação em ciência dos materiais .

II.2.1——ABSORÇÃO FOTOELÉTRICA

A absorção fotoelétrica ocorre quando um fóton com energia suficiente para excitar um átomo , interage com um dos seus elétrons e transfere para ele toda a sua energia deixando o átomo excitado .

A energia cinética desse elétron , que quando está livre vai para a região do contínuo ou para a de potencial positivo do átomo , é dada por

$$E_{cin.} = h\omega - W_0 , \quad [II.21]$$

onde $E_{cin.}$ é a energia cinética do elétron , h é a constante de Planck dividida por 2π , ω é a frequência angular do

fóton incidente e W_0 é a energia de ligação do elétron ao átomo .

II.2.2—ESPALHAMENTO COERENTE

Esse espalhamento ocorre quando fótons do feixe de raios-x incidente no material , interage com os elétrons do meio . Se essa interação for elástica (sem perda de energia) , o espalhamento é dito coerente (espalhamento Rayleigh) . Por não ocorrer perda de energia na interação , a radiação espalhada coerentemente permanece com o mesmo comprimento de onda da incidente , e mantém com essa uma relação de fase bem definida .

Na direção da feixe incidente não há diferença de caminho entre a radiação espalhada pelos vários elétrons de um átomo .

A amplitude da onda espalhada por um átomo na direção do feixe incidente é Z vezes a espalhada por um elétron , se a frequência da radiação incidente for muito diferente de qualquer frequência de absorção desse átomo . Para outras direções , a diferença de caminho entre os espalhadores localizados em diferentes pontos no átomo , produz uma interferência parcialmente destrutiva e a amplitude da onda espalhada diminui a medida que o ângulo entre a direção do feixe incidente e a do espalhado aumenta .

De acôrdo com a mecânica quântica , o fator de espalhamento atômico não-relativístico (Azároff et al.⁽⁵⁾) pode ser calculado por

$$f = \int_{\text{átomo}} \psi_0^* \sum_i e^{i\vec{S} \cdot \vec{r}_i} \psi_0 d\vec{r} \quad , \quad [\text{II.22}]$$

onde ψ_0 é a função de onda do estado fundamental do elétron, \vec{r}_i é o vetor de posição do i -ésimo elétron e \vec{S} o vetor de espalhamento ,

$$\vec{S} = \vec{k} - \vec{k}_0 \quad , \quad [\text{II.23}]$$

onde \vec{k}_0 e \vec{k} são os vetores de onda dos fótons incidentes e espalhados , respectivamente . O somatório envolve todos os elétrons do átomo .

Para átomos de mais de um elétron , a repulsão Coulombiana entre os elétrons impede a solução exata da equação de Schrödinger para o estado fundamental , e várias aproximações tem sido tentada .

Um dos processos de maior sucesso para a obtenção da função de onda ψ_0 , é o de Hartree-Fock , onde a função de onda é escrita como o determinante de uma matriz de funções de onda de um elétron (incluindo funções de spin) , conforme Azároff et al ⁽⁵⁾ .

Para um átomo isolado , o fator de espalhamento atômico depende de $(\sin\theta / \lambda)$, e não há nenhuma restrição quanto as direções em que ele pode espalhar

Para um cristal onde vale a lei de Bragg ,

$$\frac{\sin \theta_{hkl}}{\lambda} = \frac{1}{2 d_{hkl}} , \quad [\text{II.24}]$$

onde θ é o ângulo entre a direção do feixe incidente e os planos cristalinos de Bragg , hkl são os índices de Muller desses planos e d é a distância entre eles . O valor de $\sin \theta / \lambda$ é constante para cada plano do cristal , então , o fator de espalhamento atômico tem um valor constante para cada plano e , o espalhamento coerente nesse caso , fica limitado aos casos Bragg e Laue e ao espalhamento térmico difuso (TDS) , de acordo com Geward⁽⁶⁾ .

Para um cristal perfeito , o espalhamento nos casos Bragg e Laue é convenientemente descrito pela teoria dinâmica de difração de raios-x .

Num cristal perfeito , a amplitude da onda espalhada em uma dada direção por todos os átomos da célula unitária , de acordo com Azároff et al⁽⁵⁾ , é dada pelo fator de estrutura .

$$F = \sum_i f_i \exp[(2\pi i / \lambda) \vec{S} \cdot \vec{r}_i] , \quad [\text{II.25}]$$

onde o somatório envolve todos os átomos da célula unitária , \vec{r}_i é o vetor da origem dessa célula ao i -ésimo átomo e f_i é o fator de espalhamento atômico do átomo na direção do feixe espalhado . A condição de Bragg implica em \vec{S} ser igual a um vetor da rede recíproca .

Uma vez que , num cristal perfeito , o espalhamento coerente só ocorre nas condições de Bragg , " longe dessas condições " , o espalhamento observado se deve a todos os desvios de periodicidade tais como : vibrações térmicas , impurezas , defeitos , etc...

O que se pretende neste trabalho , para as medidas de atenuação , é ficar longe da condição de Bragg , para qualquer um dos planos cristalinos da amostra . Caso a posição da amostra seja tal que um dos seus planos esteja na condição de Bragg , durante uma medida de atenuação , a intensidade do feixe transmitido pode estar afetada para mais ou para menos do que deveria ser se a amostra estivesse fora da condição de Bragg .

Para um feixe monocromático de raios-x interagindo com um cristal , as reflexões de Bragg possíveis(caso Bragg e caso Laue) estão afastadas angularmente entre si de poucos graus . Além disso , o feixe de raios-x tem uma largura espectral da ordem da largura natural da raia ($\Delta\lambda/\lambda \cong 10^{-3}$) , bem como , uma divergência angular que , no caso deste trabalho , foi da ordem de 10^{-3} rd .

A divergência , com a largura espectral e com a largura intrínseca da reflexão (que é pequena) , tornam a curva de reflexão (intensidade x ângulo) angularmente larga , o que pode tornar difícil estar totalmente fora da condição de Bragg para alguns planos do cristal .

II.2.3—ESPALHAMENTO INCOERENTE

O espalhamento incoerente ocorre quando a interação entre um fóton do feixe de raios-x e um elétron em repouso , for inelástica . Nessa interação , o fóton transfere energia para o elétron , e o seu comprimento de onda λ após a interação , difere do seu comprimento de onda incidente λ_0 de $\Delta\lambda$, dada por

$$\Delta\lambda = \lambda - \lambda_0 = h / mec(1 - \cos\phi) , \quad [II.26]$$

onde ϕ é o ângulo entre a direção do feixe incidente e a do feixe espalhado .

CAPÍTULO III

PARÂMETROS DE INTERAÇÃO PARA O GERMÂNIO

III.1 — ABSORÇÃO FOTOELÉTRICA

A secção de choque de absorção fotoelétrica foi calculada por Cromer e Liberman⁽⁷⁾ e Storm e Israel⁽⁸⁾, usando funções de onda relativísticas. Os valores obtidos estão em bom acôrdo com os dados experimentais existentes, enquanto os valores obtidos por Hildebrandt, Stephenson e Wagenfeld⁽⁹⁾, que calcularam usando funções de onda hidrogênicas não-relativísticas, superestimam os valores experimentais na região de energia acima da borda de absorção e subestimam abaixo da borda.

Na secção III.4, tabela III.1, são apresentados os valores da absorção fotoelétrica obtidos teóricamente por Cromer e Liberman⁽⁷⁾ e Hildebrandt, Stephenson e Wagenfeld⁽⁹⁾. Os valores experimentais tabelados, foram obtidos descontando dos valores medidos da atenuação, por Person e Efimov⁽¹⁰⁾ e Hildebrandt, Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾, os espalhamentos envolvidos. Os valores utilizados para esses espalhamentos, foram os calculados para este trabalho.

Nos trabalhos de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ e Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾ , não foi feita a distinção entre absorção e atenuação , e os valores que publicaram foram os da atenuação .

III.2—ESPALHAMENTO COERENTE

Considerando que o espalhamento coerente é composto de : espalhamento Rayleigh ou perfeitamente coerente e espalhamento térmico difuso (TDS) , e que fora da condição de Bragg , para um cristal perfeito , não há o caso Rayleigh devido a interferência destrutiva entre as ondas espalhadas pelos átomos da célula unitária , então , se a atenuação for medida fora da condição de Bragg , o espalhamento coerente se resume a TDS .

Para um cristal , o espalhamento térmico difuso ocorre devido as vibrações térmicas da rede cristalina . Uma vez que os átomos não vibram coerentemente , essas vibrações relaxam a condição de interferência do cristal , devido a condição de Bragg , e isso permite que alguns fótons sejam espalhados , quer o cristal esteja ou não na condição de Bragg .

A secção de choque de espalhamento térmico difuso pode ser calculada pela equação obtida por Sano et al⁽¹²⁾ .

$$\sigma_{TDS} = \frac{r_e^2}{2} \int_{-1}^1 (1 + \xi^2) f^2(x, Z) [1 - e^{-2M(x, Z)}] 2\pi d\xi \quad [III.1]$$

onde $f(x, Z)$ é o fator de espalhamento atômico , $2M$ é o fator de Debye-Waller , $x = \sin\theta / \lambda$, Z é o número atômico , $\phi = 2\theta$, $\xi = \cos\phi$ e $(1 + \xi^2)/2$ é o fator de polarização .

Nessa equação , os átomos são considerados osciladores independentes , e ela pode ser usada para qualquer tipo de agregado de átomos .

Uma outra alternativa seria utilizar o modelo usado por DeMarco e Suortti⁽¹³⁾ , onde se assume que o espalhamento térmico difuso total é igual ao espalhamento perdido nas reflexões de Bragg devido as vibrações térmicas da rede cristalina . Gerward⁽¹⁴⁾ , calculou a secção de choque de espalhamento térmico difuso para o cobre usando os dois modelos para várias energias , e verificou que na região de energia acima de 10Kev , ambos os modelos reproduzem a mesma curva(intensidade x energia) com pequenas variações na região entre 10Kev e 20Kev . A diferença no pior caso , está entre 8 Kev e 10 Kev e não é maior que 5% .

A secção de choque de espalhamento térmico difuso para o germânio , foi calculada usando o modelo de osciladores independentes , através da equação III.1 . O fator de Debye-Waller foi calculado de acordo com Warren⁽¹⁵⁾ e os efeitos anarmônicos do germânio não foram considerados

porque sua contribuição para a secção de choque é muito pequena . O valor usado para a temperatura de Debye foi o determinado por Ludewig⁽¹⁶⁾ , $\Theta_m = 290K$. Os valores do fator de espalhamento atômico usados , foram os da International Tables for X-ray Crystallography⁽¹⁷⁾ .

Os resultados do cálculo da secção de choque de espalhamento térmico difuso , para as seis raias características , estão tabelados na secção III.4 onde se compara com os valores calculados por Gerward e Thuesen⁽¹⁸⁾ .

III.3—ESPALHAMENTO INCOERENTE

A secção de choque de espalhamento incoerente pode ser obtida através da integração da forma diferencial da equação de Klein-Nishina e da função de espalhamento incoerente $S(\vec{q}, Z)$, de acôrdo com Storm e Israel⁽⁸⁾ , onde

$$\sigma_{\text{incoer.}} = -\frac{1}{2} r_e^2 \int_{-1}^1 [1 + \vartheta(1 - \cos\phi)]^{-2} \{ 1 + \cos^2\phi + \vartheta^2(1 - \cos\phi)^2 \\ \times [1 + \vartheta(1 - \cos\phi)]^{-2} \} S(\vec{q}, Z) 2\pi d(\cos\phi) , \quad [\text{III.2}]$$

$\vartheta = h\nu/mec^2$ em unidades de massa de repouso do elétron e \vec{q} é o momento transferido para o elétron . A função de espalhamento incoerente , dá a probabilidade de um átomo ser levado a um estado excitado ou ionizado , quando um fóton transfere parte do seu momento para um de seus elétrons .

A forma diferencial de Klein-Nishina , dá a probabilidade de um fóton ser defletido a um certo ângulo e transferir parte do seu momento para um elétron . Nesse modelo os elétrons são considerados livres .

A secção de choque ($\sigma_{incoer.}$) foi calculada por esse modelo para as seis raias características , e os valores obtidos estão na tabela III.2 . Segundo Storm e Israel⁽⁸⁾ , os valores obtidos através dele , tem uma precisão de aproximadamente 3% no intervalo de energia abaixo de 100Kev . Os valores da função $S(\vec{q}, Z)$, foram obtidos através da aproximação de Balyuzi⁽¹⁹⁾ que reproduz os valores calculados por Cromer⁽²⁰⁾ para essa função .

III.4——VALORES EXISTENTES E CALCULADOS

Nos quadros abaixo , estão tabelados os valores existentes na literatura e os calculados para este trabalho da : absorção fotoelétrica , espalhamento térmico difuso e espalhamento incoerente . Todos esses valores estão expressos em coeficientes lineares de interação , dados por :

$$\mu_{fotoe} = \rho . (Na/M) . \tau , \quad [III.3]$$

$$\mu_{TDS} = \rho . (Na/M) \sigma_{TDS} , \quad [III.4]$$

$$\mu_{incoer} = \rho . (Na/M) \sigma_{incoer} . \quad [III.5]$$

TABELA III.1 Absorção Fotoelétrica (cm^{-1})

Raia	C.L. ^t	H.S.W. ^t	H.S.W. [*]	P.E. [*]
Cu α_1	340	334	352	350
Cu β	256	249	265	260
Mo α_1	319	325	318	316
Mo β	232	238	234	230
Ag α_1	166	170	167	165
Ag β	119	123	120	119

As abreviações no quadro acima se referem a : C.L.^t(Cromer e Liberman ⁽⁷⁾ - teórico) , H.S.W.^t(Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽⁹⁾ -teórico) , H.S.W.^{*}(hildebrandt , Stephenson Wagenfeld⁽¹¹⁾ -experimental) e P.E.^{*}(Person e Efimov⁽¹⁰⁾ - experimental) .

TABELA III.2 Espalhamento Coerente e Incoerente

TDS(cm^{-1})			COMPTON (cm^{-1})		
Raia	G. T.	*	S. I	G. T.	*
Cu α_1	1,4	1,53	0,33	0,33	0,33
Cu β	1,45	1,54	0,35	0,35	0,36
Mo α_1	1,24	1,30	0,53	0,53	0,53
Mo β	1,2	1,24	0,55	0,55	0,55
Ag α_1	1,1	1,17	0,58	0,58	0,58
Ag β	1,0	1,08	0,60	0,60	0,60

OBS. G. T.(Gerward e Thuesen⁽¹⁸⁾) e * (Valores calculados para este trabalho) , S. I.(Storm e Israel⁽⁸⁾) .

Os valores da absorção fotoelétrica , obtidos teóricamente , apresentam uma diferença entre eles que está entre 2% e 3% aproximadamente , e também não concordam entre si nas regiões acima e abaixo da borda de absorção : abaixo da borda os valores de Cromer e Liberman⁽⁷⁾ são superiores aos de Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽⁹⁾ , enquanto que acima da borda a situação é inversa . A comparação dos valores experimentais com os teóricos de Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽⁹⁾ , mostra as mesmas discrepâncias em relação a borda , exceto que as diferenças são maiores , da ordem de 6% para o pior caso abaixo da borda e -3% para o pior caso acima . Enquanto que a comparação dos valores experimentais da absorção com os valores teóricos de Cromer e Liberman⁽⁷⁾ , mostra que também há diferenças abaixo da borda , de 3,5% para o pior caso , e que acima dela os valores se mantêm em melhor acôrdo , da ordem de 0,8% para quase todos os casos .

Os valores do espalhamento térmico difuso são comparados aos valores calculados por Gerward e Thuesen⁽¹⁰⁾ , como os valores desse trabalho não foram publicados numa tabela , eles foram estimados no gráfico publicado , e as diferenças existentes entre esses valores e os do presente trabalho , não são maiores do que os erros cometido na coleta desses valores .

Os valores existentes para o espalhamento Compton , concordam plenamente com os calculados para este trabalho , exceto para a raia $\text{CuK}\beta$.

CAPITULO IV

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

IV.1 ———ESTRATÉGIA

Para se obter a precisão de 0,1% na medida da atenuação , é necessário verificar quais são as maiores fontes de erros . Calculando a de propagação de erros na equação II.5 , temos

$$\Delta\mu/\mu = \sqrt{(\Delta t/t)^2 + (\Delta I_0/I_0 \mu t)^2 + (\Delta I/I \mu t)^2} . \quad [IV.1]$$

Os termos do lado direito da equação , não devem fazer que $\Delta\mu/\mu$ seja maior que 0,1% . Nessa equação , $\Delta t/t$ representa o erro relativo na espessura da amostra , e uma vez que ele é o mais difícil de ser minimizado , a amostra não poderá ter um erro maior que 0,1% na sua espessura . Para satisfazer essa exigência , as amostras deverão ter faces planas e paralelas , admitindo-se no máximo irregularidades de longo alcance que não afete as suas espessuras em mais que 0,1% .

O segundo termo , $\Delta I_0/(I_0 \mu t)$, fica dependendo da estabilidade do feixe I_0 , do gerador , da ótica e etc .

O terceiro termo , $\Delta I / (I \cdot \mu t)$, depende de I_0 e das consequências decorrentes da interação do feixe com a amostra , que também pode afetar a intensidade se ocorrer difração durante as medidas .

O segundo e o terceiro termo da equação de propagação de erros , devem também ser calculados para cada amostra e para cada comprimento de onda ou raia característica , pois depende do produto μt e μ depende do comprimento de onda . Se esses termos forem da ordem de 0,03% cada um , é possível obter $\Delta \mu / \mu$ com aproximadamente 0,1% .

A estabilidade do gerador , do detetor e de toda a cadeia eletrônica de medida , foi testada antes , e a estabilidade do feixe , foi monitorada durante as medidas . A estabilidade do sistema depende do tempo que ele fica operando .

Durante as medidas feitas com a raia $\text{CuK}\alpha$, que é fortemente absorvida pelo germânio , o tempo para se medir a atenuação em cada amostra , foi de aproximadamente 20 horas . Nesse caso , a instabilidade média do feixe I_0 foi de 0,13% .

Para o caso das medidas com a raia $\text{AgK}\beta$, que é o caso menos absorvente , o tempo de medida em cada amostra foi da ordem 10 horas , e a instabilidade média observada de I_0 , foi de 0,07% .

Como , para a raia $\text{CuK}\alpha$, o produto μt é igual a 5 para a amostra mais espessa e , para a raia $\text{AgK}\beta$, o produto μt é igual a 1,5 para a amostra menos espessa . O segundo e o terceiro termo da equação de propagação de erros

devido a instabilidade do feixe I_0 , são : 0,05% para a prata e 0,03% para o cobre .

Assim , a equação terá no pior e melhor caso , respectivamente ,

$$\Delta\mu/\mu = \sqrt{(\Delta t/t)^2 + 2(0,05\%)^2} \quad [\text{IV.2}]$$

e

$$\Delta\mu/\mu = \sqrt{(\Delta t/t)^2 + 2(0,03\%)^2} . \quad [\text{IV.3}]$$

A instabilidade da ótica pode afetar I_0 e consequentemente I , o que contribui para aumentar o valor de $\Delta\mu/\mu$, ou seja , o erro no valor de μ .

Uma das componentes que afetaram a ótica foi a água que refrigera o tubo de raios-x , pois ela vem do ambiente externo ao laboratório e , sendo refrigerada fora , quando retorna ao laboratório , ela não tem a sua temperatura absolutamente estável . As variações climáticas externas afetam a água de tal maneira que quando ela passa pelo tubo de raios-x , dentro do laboratório , as pequenas variações de temperatura que ela sofre , provocam a dilatação e contração do tubo de raios-x e da torre de fixação do tubo . Com isso , o feixe de raios-x se desloca angularmente sobre o monocromador , afetando a ótica , e consequentemente , a sua intensidade e resolução de energia .

IV.2——AMOSTRAS

Foram feitas 4 amostras com espessuras entre 120 μm e 171 μm .

Essas amostras deveriam ter faces planas e paralelas , ou forma de cunha , desde que a cunha não afetasse a espessura em mais que 0,1% numa área de 2 mm^2 . Elas foram polidas mecânicamente para que as suas faces tivessem uma planicidade da ordem de 1000 \AA , ou seja , que não tivessem irregularidades ou deformações de longo alcance na superfície que provocassem erros maiores que 1000 \AA na planicidade .

As medidas foram feitas em três amostras com espessuras diferentes , para verificar se existe alguma dependência do coeficiente de atenuação com a espessura .

A amostra mais espessa não deveria exceder a $150 \text{ }\mu\text{m}$ de espessura , porque a raia $\text{CuK}\alpha_1$ é fortemente absorvida e o feixe incidente não pode ter muito mais que $10.000 \text{ fótons /seg. (f/s)}$: para evitar que a incerteza em I_0 devido a correção do tempo morto afete a precisão esperada . Para uma amostra com $150\mu\text{m}$, se I_0 tiver 10.000 f/s , o feixe transmitido terá aproximadamente 50 f/s , e de acordo com a estratégia adotada para as medidas , o tempo para se medir cada amostra será superior a uma semana . Assim , um aumento na espessura , significa um aumento no tempo de medida que pode inviabilizar o trabalho , pois a atenuação cresce exponencialmente com a espessura . Além disso , a incerteza na radiação de fundo pode causar um erro maior que 0,1% se o número de fótons ficar muito abaixo de 50 f/s .

O germânio utilizado para a confecção das amostras , é monocristalino , e apresentou em média 10.000 deslocamentos por cm^2 , com uma distribuição não uniforme

desses defeitos , revelados por ataque químico .

A curva de reflexão , com geometria de duplo cristal , caso Bragg não-dispersivo (rocking curve) , feita com a reflexão $\text{Ge}(333)$, teve $5,8''$ de largura angular a meia altura , enquanto a previsão teórica é de $5,4''$.

Quanto a presença de dopantes , foi medida a resistividade por comparação , grosseiramente , e ela deu $0,1 \Omega \cdot \text{cm}$. De acôrdo com a literatura , para essa resistividade , há uma concentração de 1 átomo dopante para 10^8 de germânio . O erro nos valores da atenuação devido aos dopantes , é muito pequeno .

As amostras foram cortadas com os planos cristalinos (111) paralelos as superfícies à serem polidas . Elas foram coladas num suporte de vidro , plano e circular . A cola utilizada é uma mistura de 1 parte de cêra de abelha e 2 partes de breu . A colagem foi feita depois que a cola foi aquecida e filtrada , ela foi depositada sôbre o vidro pré-aquecido , e esse foi levado a uma estufa para aquecer até aproximadamente 65°C . Após o aquecimento , as amostras foram distribuídas sôbre a parte central do vidro e , os calços de vidro ou silício na periferia . O conjunto , amostras e suporte de vidro , foi deixado na estufa por mais 10 minutos , depois ela foi desligada para deixar o conjunto esfriar lentamente .

A lapidação das amostras foi feita com o abrasivo SiC , e as granulações usadas , na ordem , foram : # 500 , # 600 , # 800 , # 1000 e # 2000 .

A ferramenta usada nessa etapa , foi um disco plano de aço , girado a uma rotação constante por um motor elétrico . A troca de um abrasivo por outro , de grãos menores , sempre foi precedida de uma lavagem com água comum e outra com água destilada . Cada abrasivo foi renovado a cada 7 ou 8 minutos de utilização . Toda a técnica empregada na lapidação das amostras , é a mesma empregada na preparação de vidros para lentes .

O polimento das amostras , foi tentado com : zirconita , óxido de cério e óxido de cromo . Nenhum desses elementos deu resultados satisfatórios . O polimento com alumina , Al_2O_3 , é rápido e não curva a borda das amostras , no entanto , a observação da superfície das amostras no microscópio , por interferência , mostrou que haviam irregularidades de curto alcance superior a $0,15 \mu m$. Assim , as irregularidades na superfície acarretavam um erro na espessura maior que $0,3 \mu m$, superior ao esperado .

O polimento foi feito com pasta de diamante , que curva a borda das amostras , mas elimina as irregularidades de curto alcance , e em pelo menos uma área de $2 mm^2$ as amostras tem a qualidade esperada .

Após o polimento , as amostras foram viradas sobre o suporte de vidro para se polir as outras faces ainda não polidas . Durante a lapidação dessa outra face , a espessura das amostras foi medida periodicamente , para que elas ficassem dentro dos limites estabelecidos .

Após o polimento da segunda face , as mostras foram descoladas por aquecimento , e limpas em acetona .

A espessura foi medida com o equipamento , ABBE P01 fabricado pela Carl Zeiss-Jena , cuja precisão é de $0,1 \mu\text{m}$. As amostras tiveram as seguintes espessuras , medidas no centro delas numa área delimitada :

$$123,7 \pm 0,1 \mu\text{m} , 131,4 \pm 0,2 \mu\text{m} , \\ 141,2 \pm 0,2 \mu\text{m} , 171,2 \pm 0,3 \mu\text{m} .$$

Esses valores são a média de 20 medidas feitas em cada amostra , em posições diferentes , com um intervalo de tempo de pelo menos 10 minutos entre cada medida , e a dispersão das medidas foi calculada sobre esse conjunto . A superfície na qual ficou apoiada a amostra para a medida da sua espessura : é uma base sulcada , com cada um dos seus elementos de apoio tendo a sua superfície plana , com uma largura de aproximadamente 5 mm . A ponta de medida que move a régua graduada , é esférica , e seu raio foi estimado em 10 metros .

O polimento mecânico afeta a qualidade cristalina da superfície da amostra . A curva de reflexão , com geometria de duplo cristal , caso Bragg , feita com a reflexão Ge(333) , para a qual a previsão teórica da largura a meia altura é $5,4''$, deu uma largura de $12''$. No entanto , o corpo da amostra (bulk) não foi afetado quanto a cristalinidade pois , foi feito um ataque químico na amostra (etching) , com 95% de HNO_3 + 5% de HF durante 5 minutos ,

e após , foi feita outra curva de reflexão nas mesmas condições , e a largura medida foi de $\cong 5,8''$ (conforme mostra o gráfico da fig .01) . Isso confirma a qualidade cristalina do corpo da amostra .

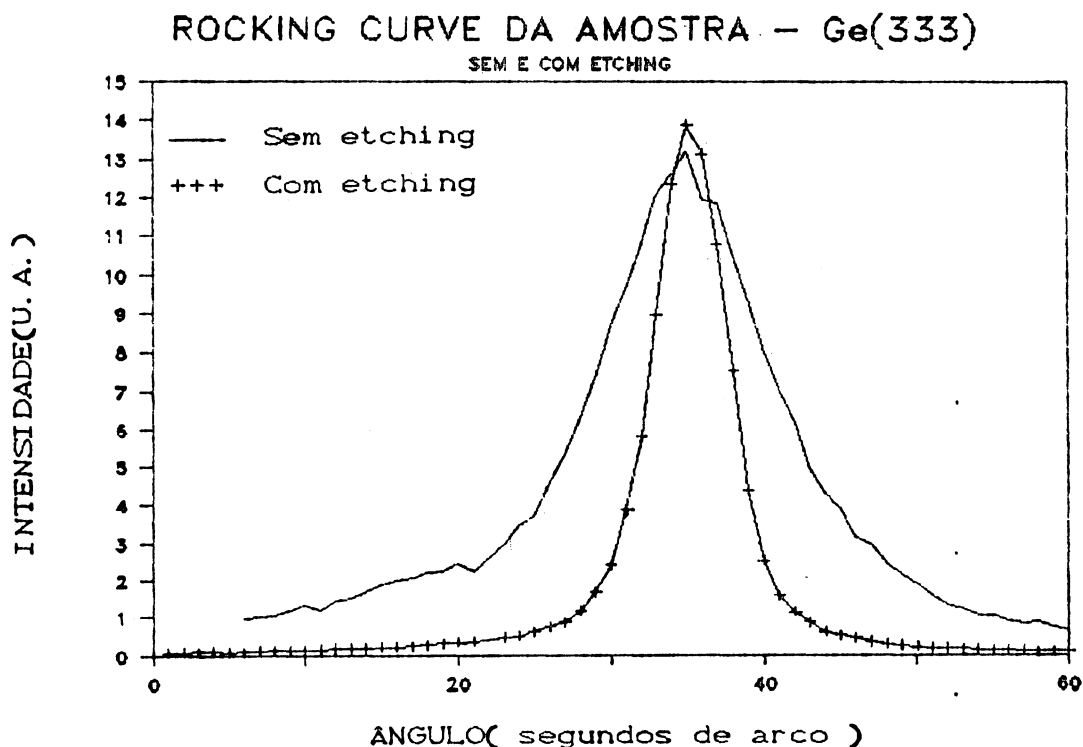


Fig.1- Gráfico da curva de reflexão(rocking curve) da amostra , reflexão Ge(333) , antes e depois do ataque químico .

IV.3 — RESOLUÇÃO DE ENERGIA

Para assegurar a precisão nas medidas da atenuação , é necessário verificar também qual é a dependência dela com o comprimento de onda . Partindo da equação empírica que relaciona a absorção fotoelétrica τ com o comprimento de onda λ , de acordo com Gerward⁽²¹⁾ , temos

$$\tau = c \lambda^n , \quad [\text{IV.4}]$$

onde c e n são constantes . Fazendo a propagação de erros , temos

$$\Delta\tau/\tau = n \Delta\lambda/\lambda . \quad [\text{IV.5}]$$

Como $n \cong 2,84$ para o germânio e a precisão esperada para a absorção fotoelétrica é de 0,1% , ou seja 1×10^{-3} , então $\Delta\tau/\tau = 1 \times 10^{-3}$, e assim

$$\Delta\lambda/\lambda = 3,5 \times 10^{-4} . \quad [\text{IV.6}]$$

Esse valor expressa a incerteza máxima admissível em λ , para que as medidas ainda tenham a precisão esperada . Essa incerteza é com relação ao comprimento de onda central da curva de reflexão e não com a largura da curva a meia altura . Sendo a curva de absorção uma parábola quase cúbica em relação ao comprimento de onda , a absorção em dois λ igualmente afastados de λ_0 , sendo um λ à esquerda e outro à direita , tem como média um valor de absorção que difere da absorção em λ_0 . Essa diferença , para o pior caso , é menor que 0,01% .

A rotação do cristal monocromador permite o posicionamento da reflexão no pico , e a incerteza estimada para $\Delta\lambda/\lambda$ é de 1×10^{-4} , portanto , a incerteza em λ não afeta as medidas quanto a precisão .

Para as raias do cobre , foi usado um monocromador de Si(220) : um cristal sulcado para duas reflexões Bragg . Devido a divergência angular do feixe , 5' na horizontal e 2,8' na vertical , a separação da raia $\text{CuK}\alpha_1$ da $\text{CuK}\alpha_2$ não foi total . A área sob a curva de reflexão da raia $\text{CuK}\alpha_1$, ficou aumentada de aproximadamente 8% devido a superposição da curva de $\text{CuK}\alpha_2$, e isso implica num erro na atenuação de aproximadamente 0,05% .

Uma vez que a raia $\text{CuK}\alpha_1$ tem energia de 8,040 Kev , os fótons cuja energia é um múltiplo dessa , também satisfazem a lei de Bragg e são refletidos no monocromador , aparecendo assim , os harmônicos de ordem superior caso a tensão no tubo de raios-x seja suficiente para excitá-las .

O tubo de raios-x operou a 40 Kv , e essa tensão excita até os harmônicos de ordem 4 .

A análise espectral do feixe monocromatizado , feita com um detetor dispersivo de estado sólido (conforme fig.2) , mostrou a presença de $\lambda/2$ numa proporção de aproximadamente 0,08% na $\text{CuK}\alpha_1$, e isso afeta a atenuação em aproximadamente 0,07% .

Para as raias do molibdênio e da prata , foi usado um monocromador de Si(331) , para uma única reflexão . Uma vez que a reflexão (662) é proibida : o segundo harmônico fica então proibido e , o terceiro não é excitado pois para isso o gerador teria de operar acima de 50 Kv , o que foi evitado .

A análise espectral em todos os casos , para verificar a separação entre $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$, foi feita através da rotação do monocromador . E a mudança de monocromadores se deu devido a necessidade de separar a raia $K\alpha_1$ da $K\alpha_2$ e evitar a presença de $\lambda/2$.

A divergência angular para as raias do Mo e da Ag foi modificada para 5' na horizontal e 4' na vertical , para aumentar a intensidade do feixe I_0 , pois só com a mudança do monocromador não foi possível melhorá-la .

No caso do molibdênio , a separação foi quase completa (fig.03) . E no caso da prata , não ocorreu a separação plena e a curva da $K\alpha_2$ contaminou a da $K\alpha_1$ em 8% (fig.04) , e isso afeta a atenuação da raia $AgK\alpha_1$ em 0,09% no pior caso .

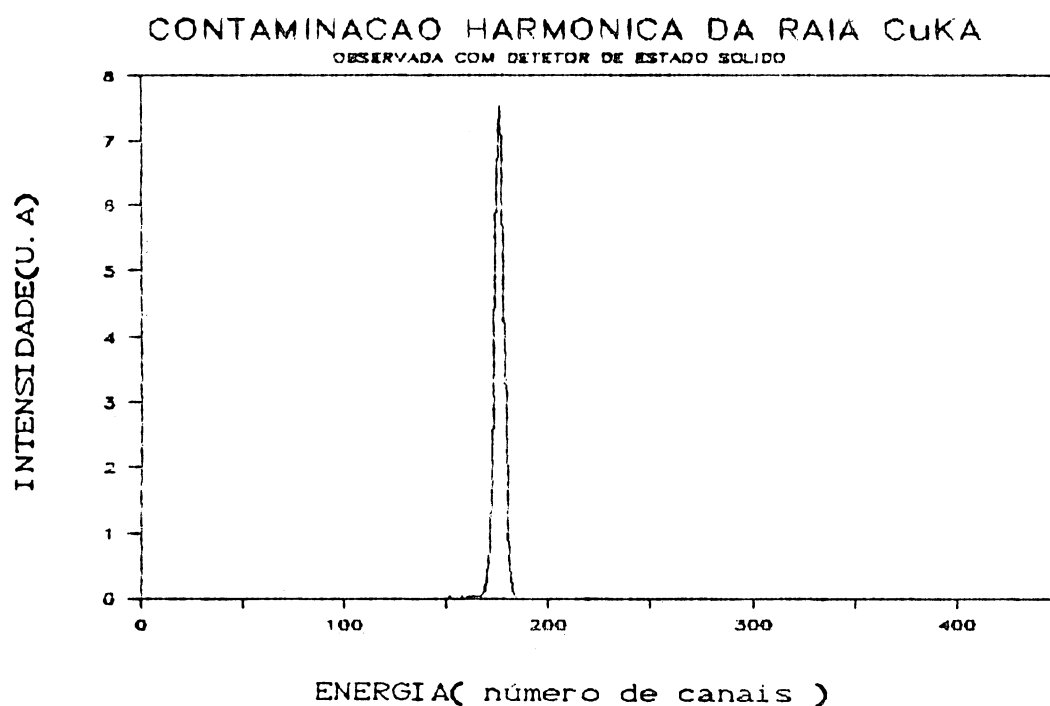


Fig.02- Gráfico da análise espectral da $CuK\alpha_1$ com detector de estado sólido .

RESOLUCAO DE ENERGIA - MoKA Si(3 3 1)

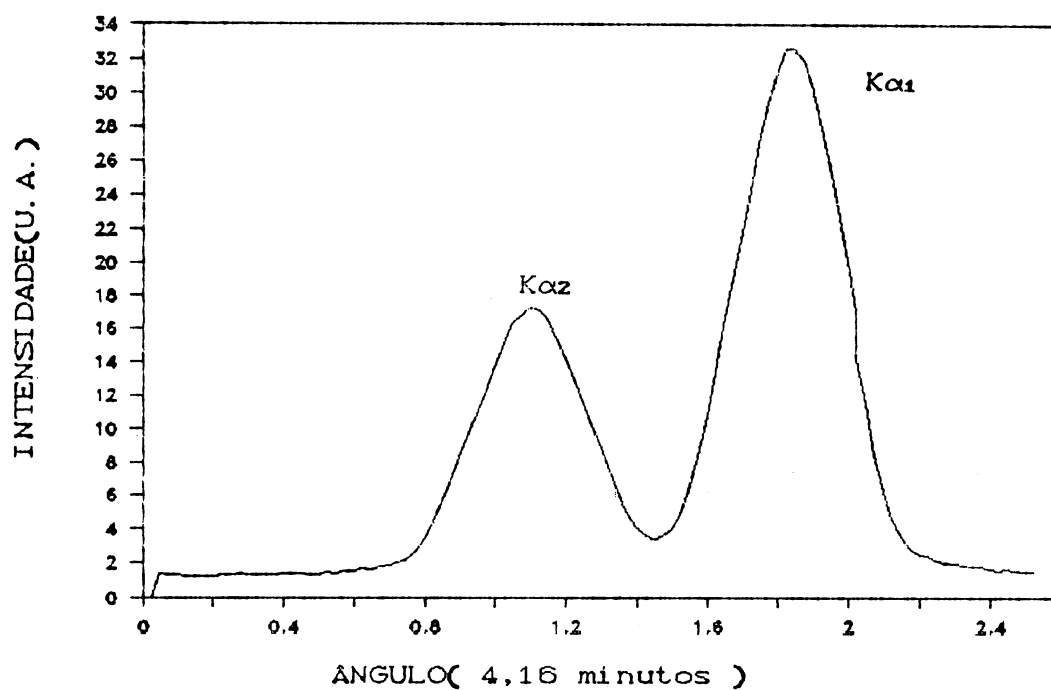


Fig.03 - Composição espectral da raia MoK α após o monocromador .

RESOLUCAO DE ENERGIA - AgKA Si(3 3 1)

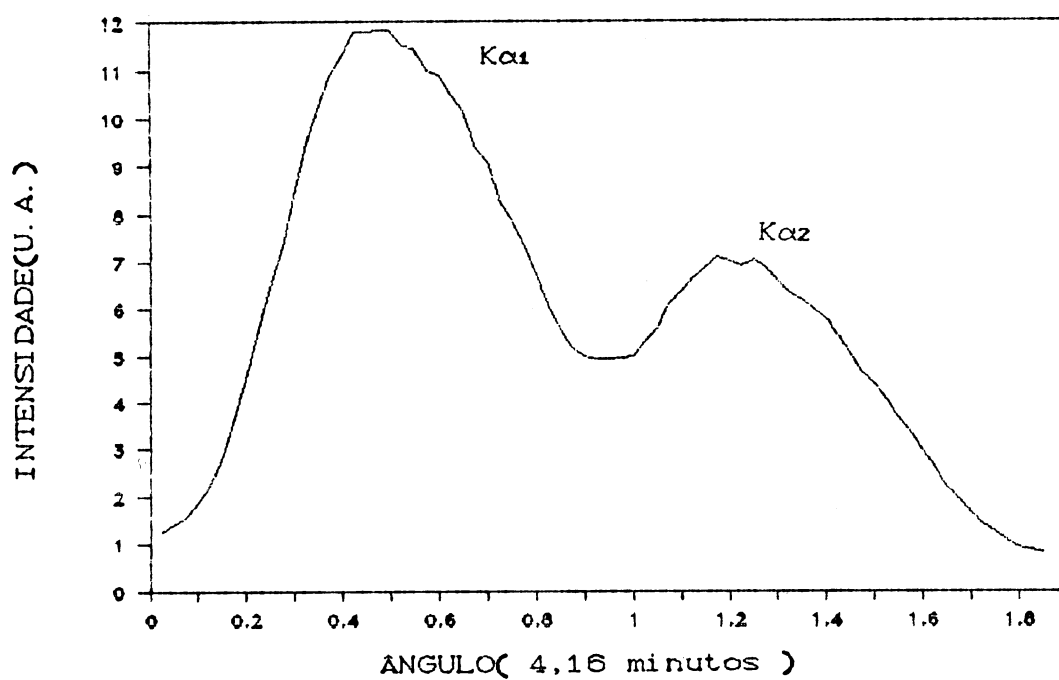


Fig.04 - Composição espectral da raia AgK α após o monocromador

Os átomos de germânio tem a sua borda K de absorção em 11,1 Kev , e fluorescem em 9,8 Kev . Portanto , com as raias do Mo e da Ag , as amostras fluorescem . No entanto , o detetor separa os fótons da fluorescência dos do feixe da radiação característica utilizada , e com o uso do monocal , esses fótons de fluorescência são rejeitados . Além disso , os fótons de fluorescência são emitidos na geometria 4π e os que atravessam a amostra estão sujeitos a auto-absorção , o que reduz muito o número desses fótons no detetor .

IV.4——ARRANJO EXPERIMENTAL

Nas figuras 5 e 6 , estão os esquemas do arranjo experimental . O tubo de raios-x operou no modo foco ponto , ou seja , as dimensões da área do alvo quando observadas da posição do monocromador , são de 0,4 mm na vertical e 0,8 mm na horizontal . Na fig.5 , está o arranjo feito para as raias do cobre , S_1 é composta de duas fendas cruzadas cuja área é de $0,32 \text{ mm}^2$. A fenda horizontal é de 0,8 mm e a vertical é de 0,4 mm .

No difratômetro de duplo eixo , estão instalados : O monocromador no primeiro eixo , as fendas de passagem do feixe monocromatizado (também cruzadas e com área de $0,32 \text{ mm}^2$) e o suporte das amostras no segundo eixo . Esse difratômetro foi desenvolvido no próprio laboratório por Rodrigues , Cusatis e Mazzaro⁽²²⁾ .

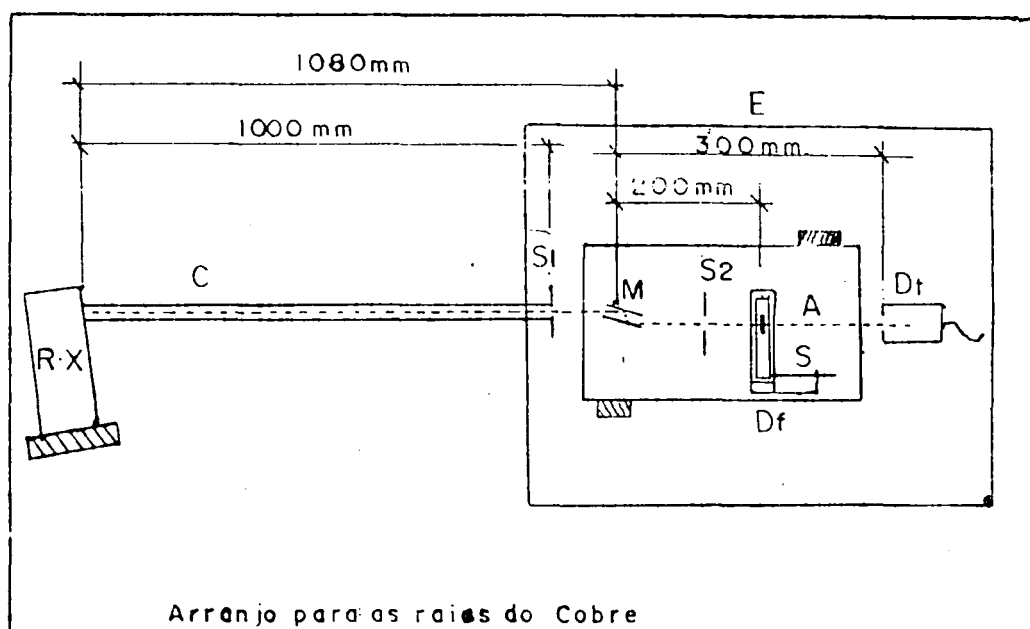


Fig.5 - Arranjo experimental

C Tubo colimador

Sl Fenda de saída do colimador

M Monocromador

S2 Fenda de passagem

A Amostra

S Suporte das amostras

Dt Detetor

Df Difratorômetro de duplo eixo

E Sistema de estabilização térmica

para a raia do Cu.

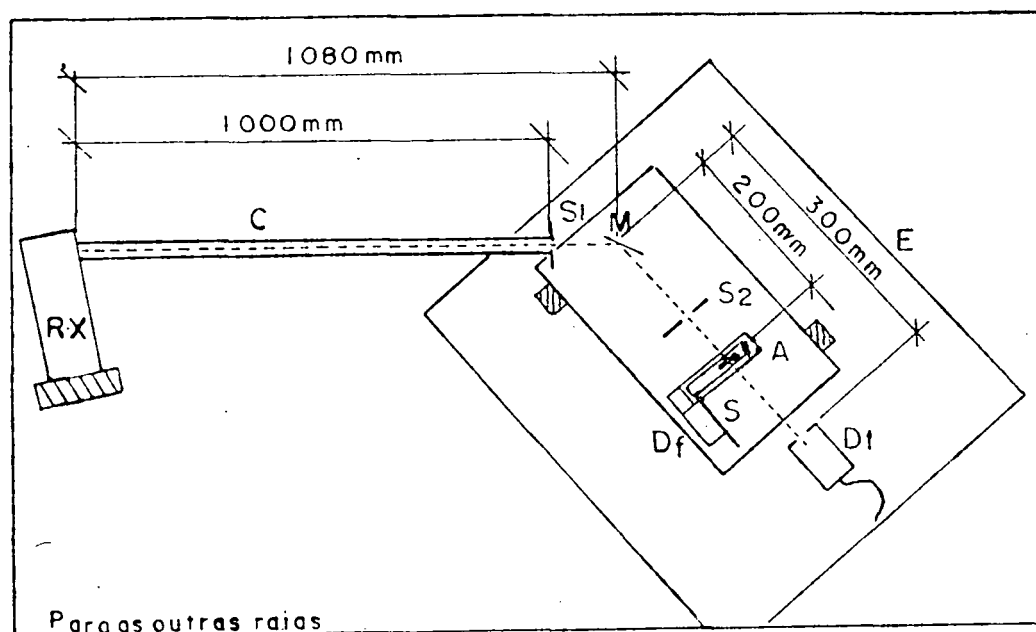


Fig.6 - Arranjo experimental para as raios do Mo e da Ag

Os eixos desse difratômetro são girados por motores de passo , ambos os eixos giram de $1/4''$ de arco a cada passo do respectivo motor . O suporte das amostras é constituído de um duplo L , fixos um ao outro por um eixo de rotação . O L interno gira em relação ao externo que por sua vez gira em relação ao difratômetro . Dessa maneira , a amostra pode ser girada em torno de um eixo vertical , pelo eixo do difratômetro , e também em torno de um eixo horizontal , pelo eixo que liga o L interno ao externo . Assim , qualquer movimento na amostra não move a posição na superfície onde o feixe a atinge , porque a amostra está posicionada no centro dos movimentos de rotação do suporte .

Na fig. 06 , está o arranjo feito para as medidas com as raias do Mo e da Ag , S₁ é também composta de duas fendas cruzadas cuja área de passagem do feixe é $0,64 \text{ mm}^2$. Tanto a fenda horizontal quanto a vertical são de 0,8 mm . Assim , a divergência angular vertical é de 4' e a horizontal é de 5' . A fenda de passagem do feixe monocromatizado , S₂ , é uma única fenda vertical de 1,0 mm .

O detetor usado foi um de NaI(Ta) , a fonte de alimentação , uma Camberra 3102 , o monocal usado foi um Micronal 4010 , operando no modo janela .

O circuito eletrônico de contagem , de movimentação de motores , de leitura de multímetro e de comunicação com o computador(interface inteligente) ,

fazem parte do sistema SCOPE(Sistema de Coleta e Processamento de Dados Experimentais) , desenvolvido no próprio laboratório (a ser publicado) .

A estabilidade do sistema de detecção e contagem foi testada antes das medidas , com uma fonte radioativa de amerício , cuja vida média é alta o suficiente para não ser detetada durante o período de tempo em que o sistema ficou sob teste .

O tempo morto desse sistema foi determinado pelo método proposto por Chipman⁽²³⁾ e o valor obtido foi , $\tau_m = 6,5 \mu\text{seg}$. Os valores do número de fótons contados foram corrigidos pela equação

$$I_{\text{real}} = I_{\text{med.}} / (1 - \tau_m I_{\text{med.}}) , \quad [\text{IV.7}]$$

onde I_{real} é o valor corrigido das contagens , $I_{\text{med.}}$ é o número de fótons contados . O valor do tempo morto está além do desejável , $1,5 \mu\text{seg}$. Considerando que o valor do tempo morto tenha sido determinado com um erro de 10% , isso implica num erro de 0,07% na atenuação para o pior caso .

As medidas de I e I_0 foram feitas com o detector na mesma posição , isso porque ele não tem a área de detecção , sensível aos raios-x , uniforme . Assim , primeiro mede-se I , depois retira-se a amostra e mede-se I_0 .

Ao se fazer medidas de precisão , é necessário inicia-las após o gerador estar funcionamento durante pelo menos uma hora , e o sistema de detecção e contagem após uns 30 minutos . Isto porque , medidas de intensidade feitas

com o sistema de detecção e contagem sendo desligado e ligado periodicamente , quando comparadas com medidas feitas com o sistema ligado continuamente , mostraram uma diferença de aproximadamente 1% a menos . Também , medidas de intensidade feitas a partir do momento em que o gerador foi ligado , mostraram que a intensidade do feixe se estabiliza somente depois de uma hora de funcionamento .

Toda a montagem foi protegida termicamente para evitar que as flutuações de temperatura no ambiente do laboratório , devido ao ar condicionado , afetassem as medidas . A temperatura do laboratório durante as medidas foi de $21^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

As variações da pressão atmosférica e da umidade relativa do ar , não foram monitoradas com sensores apropriados , por falta destes . No entanto , a repetitividade das medidas indicam que essa influência foi mínima , apesar de que essas variações afetam a intensidade , principalmente das raias de energia mais baixa .

A lâmina de ar correspondente a espessura da amostra , não afeta a intensidade do feixe a ponto de alterar a precisão da atenuação .

A radiação de fundo foi medida várias vezes e com tempos que variaram entre 10 horas e 25 horas . A média foi de 0,20(3) f/s , para todas as condições de medidas nas quais o sistema operou : tensão na fotomultiplicadora para cada λ e mesma abertura da janela do monocanal usada .

O valor da radiação de fundo foi descontado dos valores medidos de I .

IV.5——MEDIDAS DA ATENUAÇÃO

Medir a atenuação sem a presença da difração , exige muito cuidado , pois as condições nas quais ela ocorre são muitas ; o que pode ser visto no diagrama de Kossel (figura 07) , feito para o silício orientado na direção (111) . O mesmo vale para o germânio , uma vez que as amostras tem a mesma estrutura cristalina e orientação .

A intensidade do feixe transmitido pode aumentar ou diminuir , dependendo da posição da amostra , o que pode ser visto nos gráficos das figuras de buscas das posições angulares nas quais ocorrem difração . Assim , se as amostras forem colocadas na frente do feixe e as medidas de intensidade forem feitas sem tentar evitar essas condições , a atenuação pode ficar afetada de erros devido a difração .

As curvas medidas durante a busca das posições angulares nas quais ocorrem difração , concordam com as previsões teóricas , conforme mostrado por Cusatis⁽⁴⁾ .

A estratégia usada para buscar as posições nas quais ocorrem difração , exige que as amostras tenham dois movimentos de rotação , um em torno de um eixo vertical aqui chamado de rotação da amostra , e outro em torno de um eixo horizontal aqui chamado de inclinação . O suporte das amostras permite esses dois movimentos .

O movimento de inclinação e de rotação , serão chamados de positivo se girar no sentido horário , olhando a amostra de cima , e negativo no sentido anti-horário .

As medidas de atenuação , para cada comprimento de onda , em cada amostra , foi feita para quase todos

os casos em três inclinações diferentes . E em cada inclinação , foi feita em várias posições angulares diferentes .

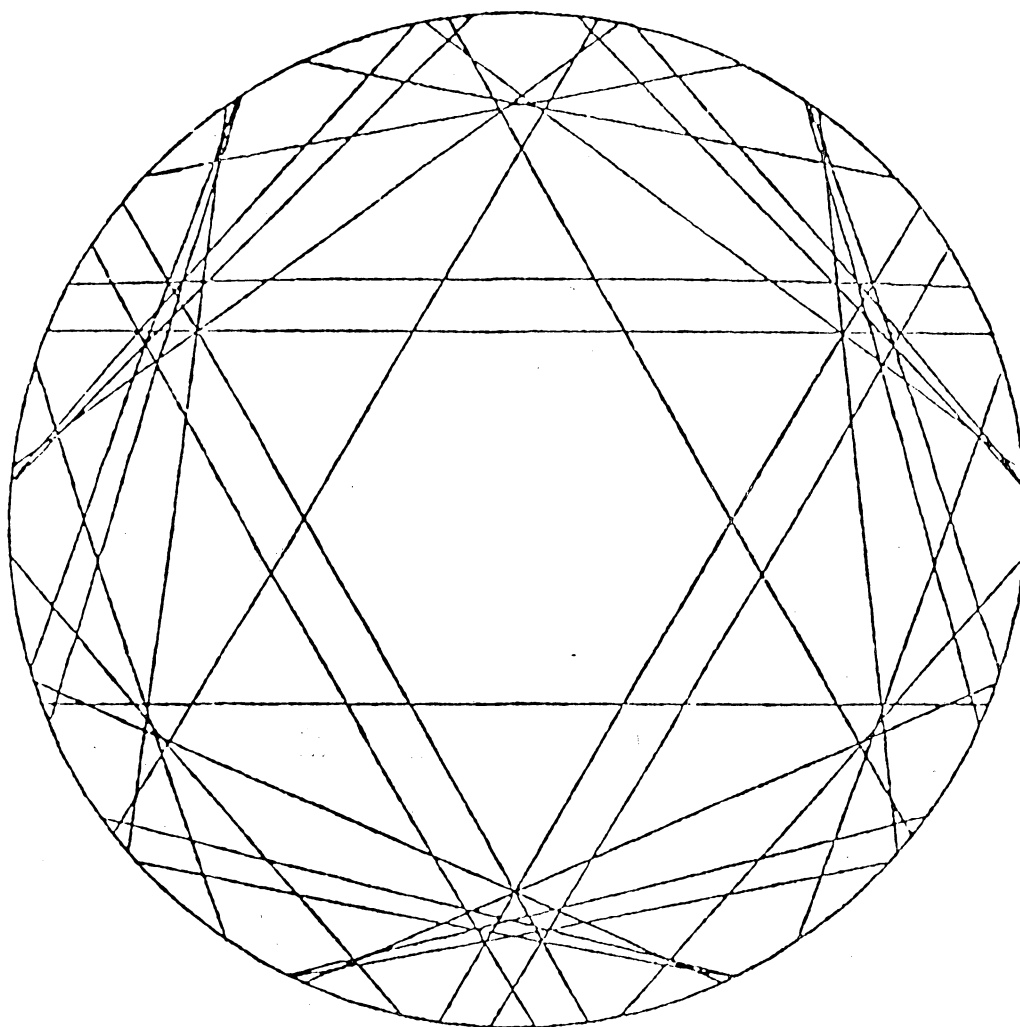


Fig.7 - Diagrama de Kossel para o silício (111) , MoK α , para um círculo de raio 1 .

Antes das buscas de estruturas e das medidas , as amostras foram posicionadas com os planos das suas faces perpendiculares ao feixe , por auto-colimação .

A procura das posições angulares nas quais ocorrem difração , aqui chamado de busca de estruturas , foi feita girando a amostra de um determinado número de passos e , nessa posição onde ela estava parada , foi medida a intensidade do feixe transmitido . Após essa medida , a amostra foi novamente girada , parada e novamente medida a intensidade , esse processo se repetiu por vários pontos . O afastamento angular entre um ponto e outro , foi escolhido de tal maneira que , a largura angular de uma dessas estruturas , exigisse vários pontos para varré-la .

Uma vez que essas buscas de estruturas tinham como objetivo sómente localizar as posições nas quais ocorrem difração , elas foram feitas em curtos intervalos de tempo , e conseqüentemente , a intensidade do feixe transmitido foi baixa e a estatística de contagem ruim . Como a distribuição estatística aplicável a esse caso é a de Poisson , e

$$\sigma = \sqrt{I} , \quad [IV.8]$$

onde σ é o desvio padrão teórico e I é o número de fótons contados . Então , o erro relativo é dado por $(100/\sqrt{I})\%$, e no caso do número de fótons contados ser baixo , o erro relativo é alto .

O número de fótons coletados em cada ponto nas medidas de atenuação , no feixe transmitido e no direto , foi da ordem de 10^6 . Para esse número , o desvio padrão teórico é de 0,1% , e cada medida envolveu vários pontos .

Para cada medida , foi tomado a média do número de fótons contados por ponto , calculado o desvio padrão amostral e o erro relativo do conjunto de pontos .

As medidas de atenuação propriamente , foram feitas escolhendo no gráfico de busca de estruturas , regiões nas quais , aparentemente , não haviam estruturas . Nessas regiões , foram medidos em média 8 pontos com afastamento angular entre eles de $\cong 80\%$ do afastamento angular da busca de estruturas correspondente . Caso o desvio do conjunto de pontos medidos fosse da ordem do desvio previsto teoricamente para a média do número de fótons contados , esse conjunto era aceito , caso contrário , era rejeitado .

As buscas de estruturas e as medidas de atenuação foram feitas , para cada raia , da seguinte maneira :

1) Para a raia $\text{CuK}\alpha_1$, a busca de estruturas foi feita nas três inclinações escolhidas para a amostra em relação ao feixe : para a amostra perpendicular ao feixe , para a amostra inclinada de + 0,47 graus em relação ao feixe e para ela inclinada de -0,47 graus em relação ao feixe . Para cada inclinação , a amostra foi girada em torno do eixo vertical , de aproximadamente ± 2 graus . Uma vez que para 2 graus de afastamento angular da perpendicular , a espessura efetiva da amostra ainda não apresenta um desvio de 0,1% em relação a espessura normal .

No intervalo entre ± 2 graus , nas buscas com a raia $\text{CuK}\alpha_1$, em tôdas as amostras , não foram encontradas estruturas significativas , (fig.8 e 9) .

Além de -2 graus de afastamento angular da perpendicular , na busca de estrutura na amostra de $131,4 \mu\text{m}$, apareceu uma estrutura cuja variação na intensidade do feixe transmitido foi de aproximadamente 100% . Nessa estrutura , foi testado a repetitivida dela , e consequentemente , a do sistema mecânico de varredura (fig. 10) .

Foram feitas 6 medidas de atenuação da raia $\text{CuK}\alpha_1$ na amostra de $123,7 \mu\text{m}$ de espessura , num total de 55 pontos medidos .

Para a amostra com $131,4 \mu\text{m}$ de espessura , foram feitas 3 medidas de atenuação , uma em cada inclinação da amostra , com 31 pontos medidos . E na amostra de $141,2 \mu\text{m}$, foram feitas 2 medidas com 14 pontos .

2) A busca de estrutura , com a raia $\text{CuK}\beta$, foi feita nas três inclinações para cada uma das três amostras . Nessas buscas , apareceram várias estruturas , e nas fig. 11 e 12 são mostrados duas delas .

Para as amostras de $123,7 \mu\text{m}$ e $131,4 \mu\text{m}$, foram feitas 3 medidas de atenuação em cada uma , sendo 29 e 27 pontos medidos em cada uma no total , respectivamente . Para a amostra de $141,2 \mu\text{m}$ foram feitas 2 medidas com 14 pontos no total .

As buscas de estruturas feitas com as raias $\text{AgK}\alpha_1$, $\text{AgK}\beta$, $\text{MoK}\alpha_1$ e $\text{MoK}\beta$. São mostradas nos gráficos das fig. 13 , 14 , 15 , 16 , 17 e 18 .

A amostra de $123,7 \mu\text{m}$, foi quebrada acidentalmente no início das medidas com as raias da prata . Com isso , para se medir a atenuação em três amostras , foi necessário utilizar a quarta amostra , a de $171,2 \mu\text{m}$ de espessura .

3) A atenuação da $\text{AgK}\alpha_1$ foi medida 3 vezes em cada amostra (na de $131,4 \mu\text{m}$, $141,2 \mu\text{m}$ e $171,2 \mu\text{m}$ de espessura) , sendo medido um total de , respectivamente , 30 , 27 e 22 pontos .

4) Para a $\text{AgK}\beta$, foram feitas 3 medidas da atenuação nas amostras de $131,4 \mu\text{m}$ e $141,2 \mu\text{m}$ de espessura num total 26 pontos em ambas . Na amostra de $171,2 \mu\text{m}$, foi feita uma única medida com 18 pontos .

5) A atenuação da raia $\text{MoK}\alpha_1$, foi medida 3 vezes nas amostras com espessuras de $131,4 \mu\text{m}$ e $141,2 \mu\text{m}$, num total de 24 e 21 pontos , respectivamente . Na amostra de $171,2 \mu\text{m}$ de espessura , a atenuação foi medida 2 vezes com um total de 16 pontos .

6) Para a raia $\text{MoK}\beta$, foram feitas 3 medidas da atenuação na amostra de $131,4 \mu\text{m}$ de espessura num total de 28 pontos , e uma vez na amostra de $141,2 \mu\text{m}$ com 6 pontos .

As medidas foram interrompidas porque o gerador de raios-x apresentou defeito e o reparo não era imediato , caso contrário , também seriam feitas 3 medidas de atenuação por amostra com a raia $\text{MoK}\beta$.

No próximo capítulo , estão os vários valores medidos da atenuação , para cada λ e cada amostra .

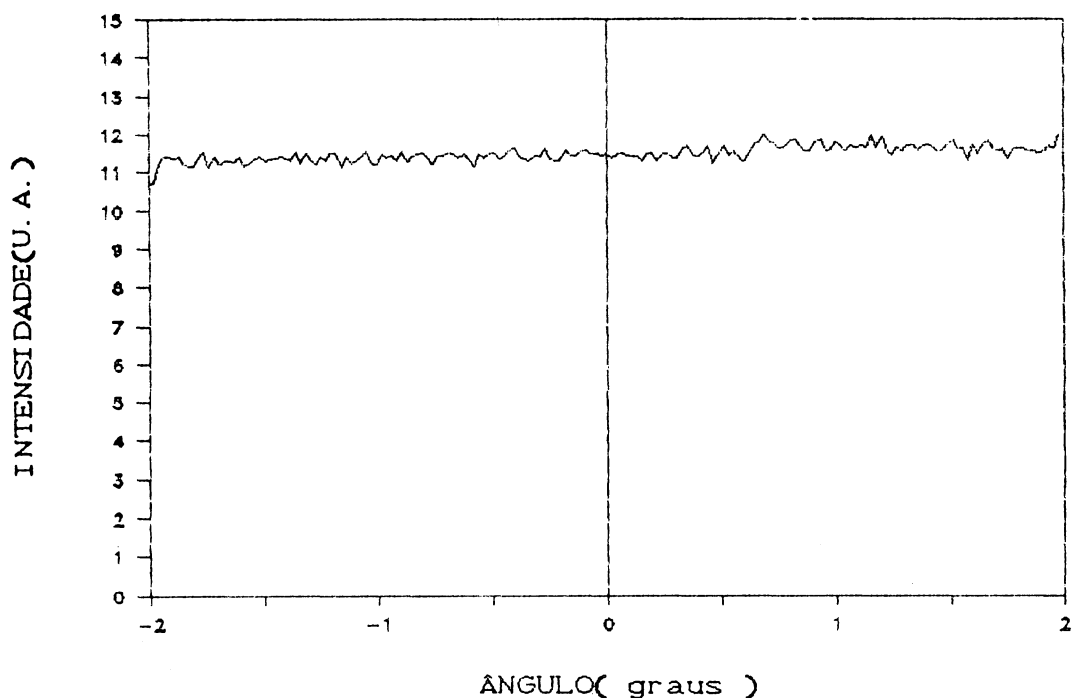


Fig.08 - Gráfico da busca de estruturas com a raia CuK α_1 (rot. em passos de 1/40 graus) .

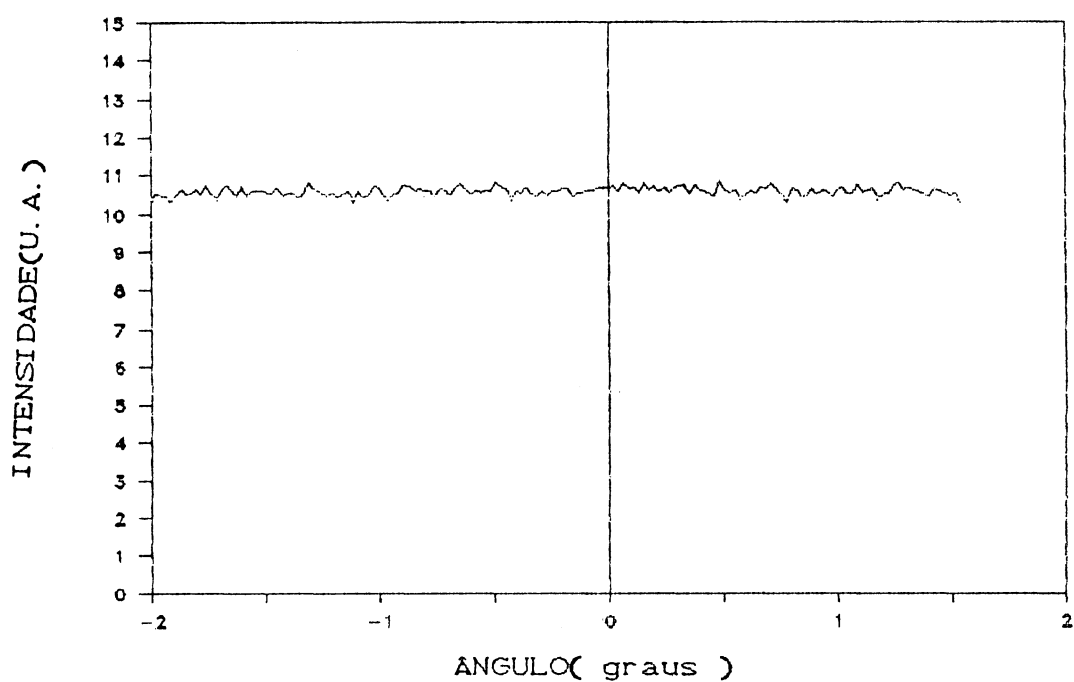
ESTRUTURAS CuKA-Ge(131,4 μm)

Fig.09 - Gráfico da busca de estruturas com a raia CuK α_1 (rot. em passos de 1/40 graus) .

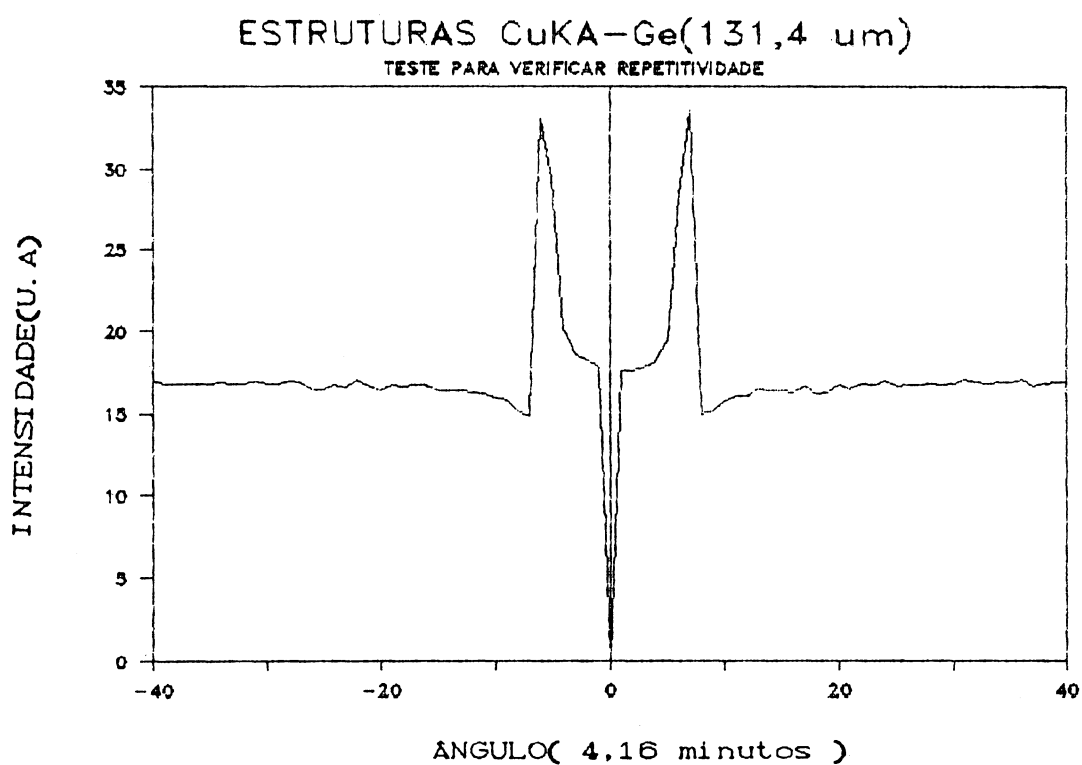


Fig.10 - Gráfico de verificação da repetitividade da estrutura , feita com a raia $\text{CuK}\alpha_1$.

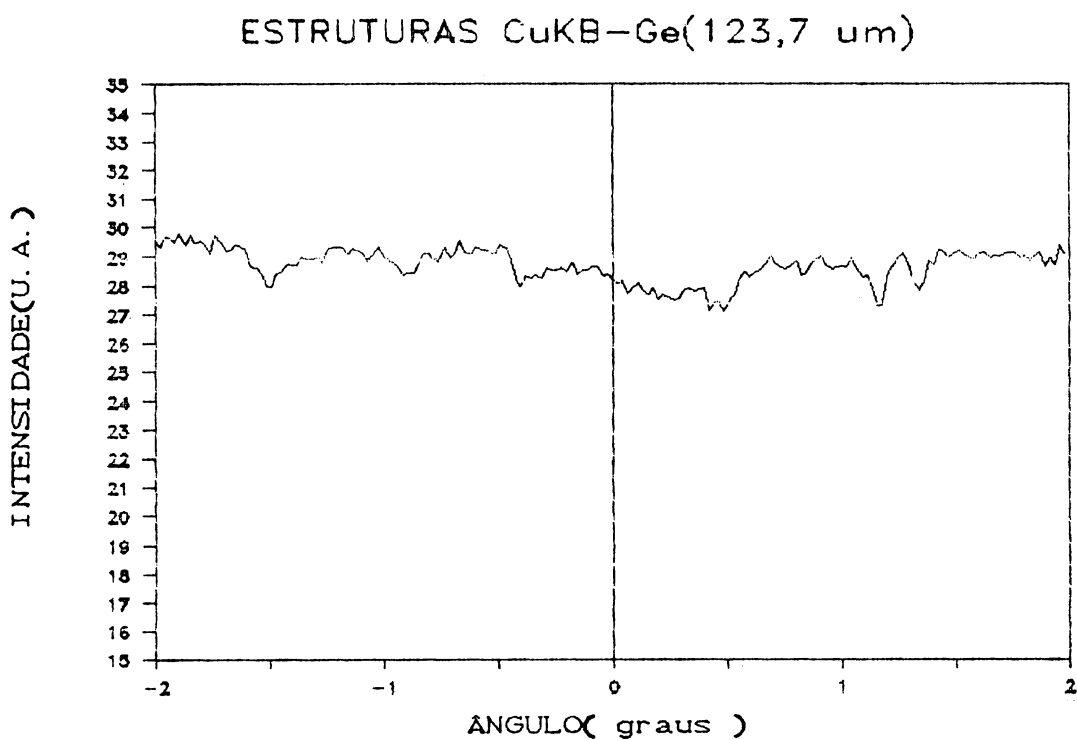


Fig.11 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{CuK}\beta$ (rot. em passos de $1/45$ graus) .

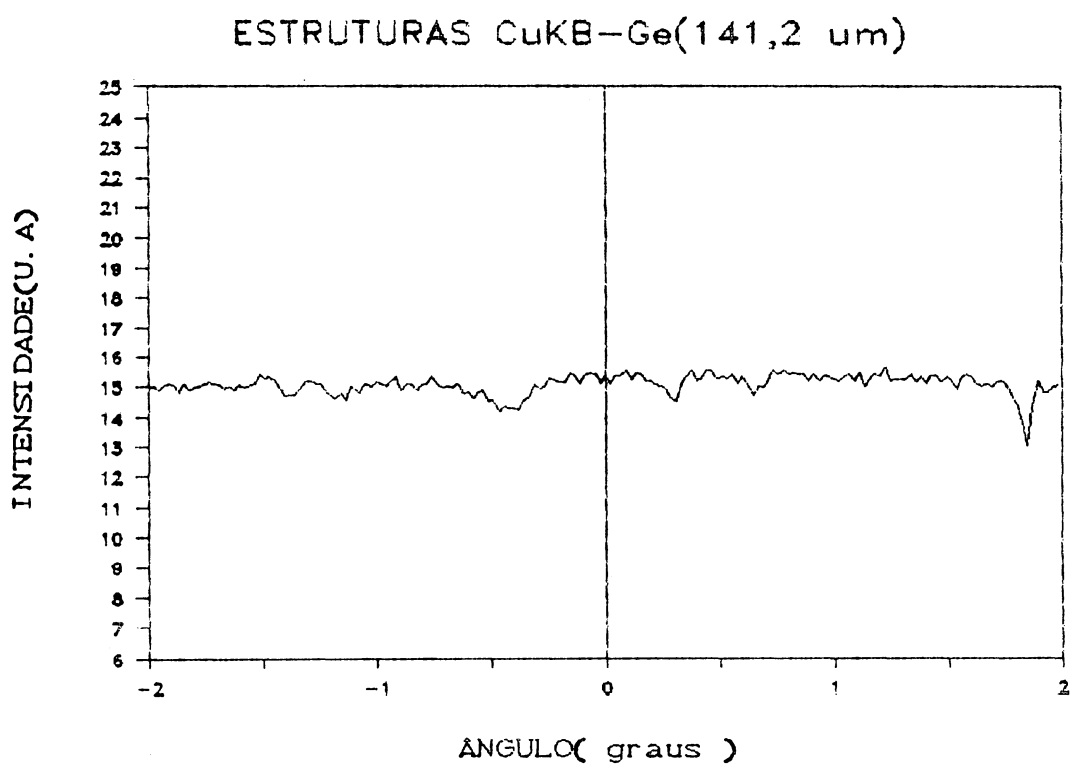


Fig.12 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{CuK}\beta$ (rot. em passos de $1/45$ graus) .

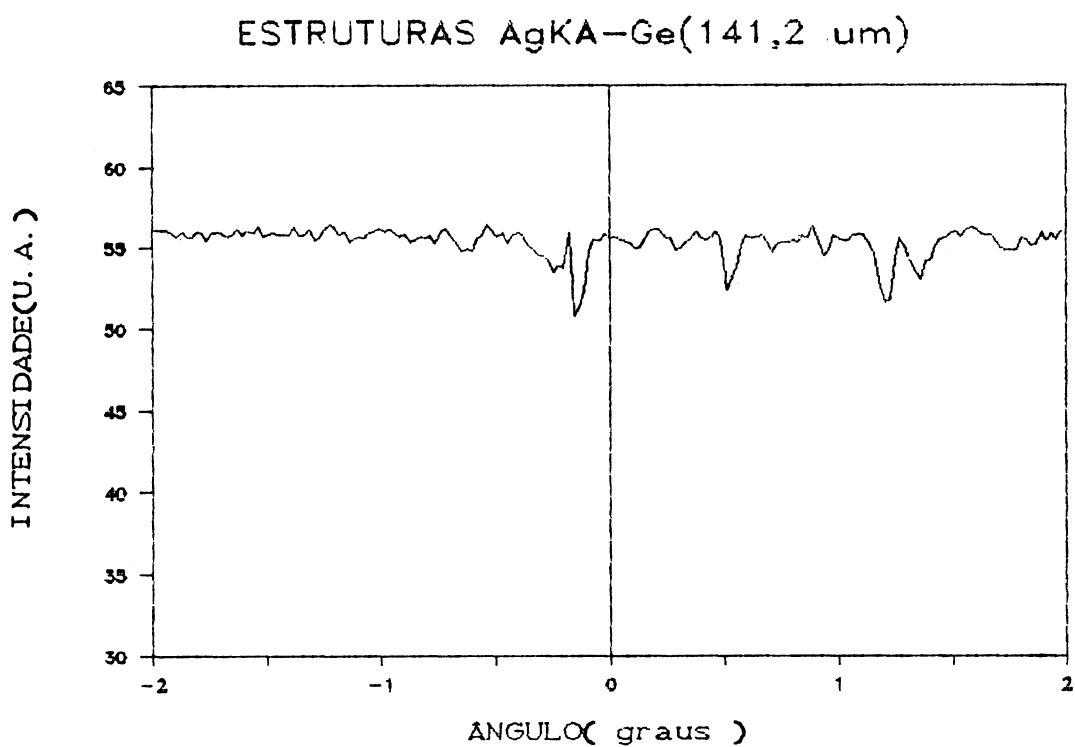


Fig.13 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{AgK}\alpha_1$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

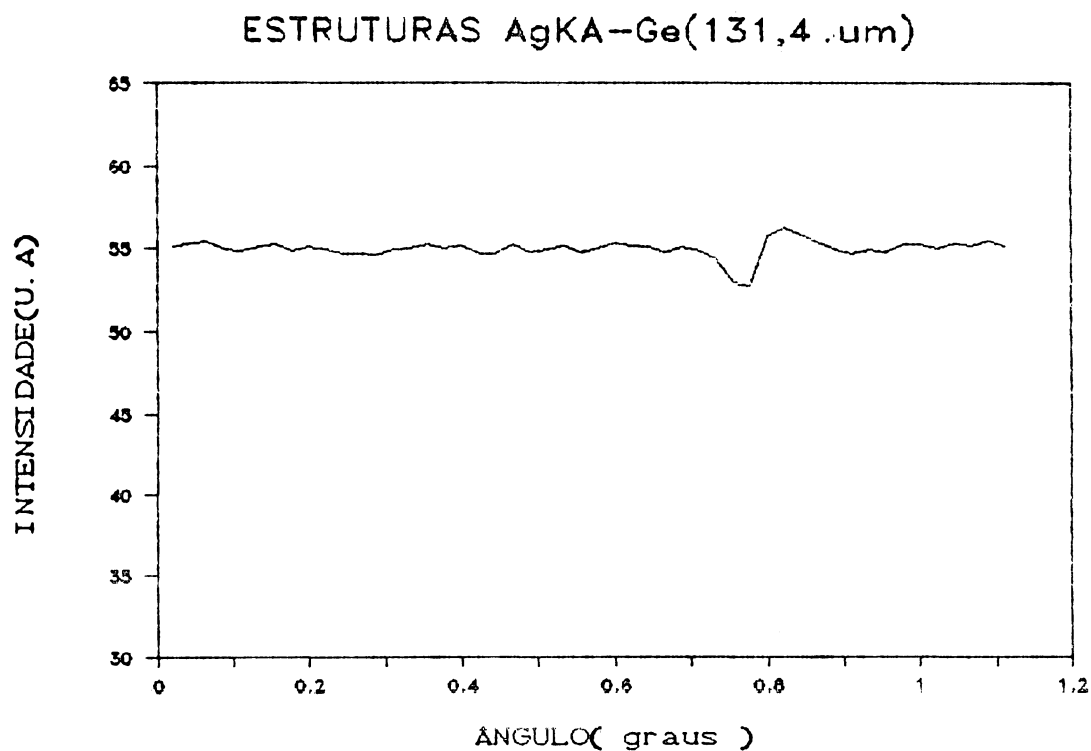


Fig.14 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $Agk\alpha_1$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

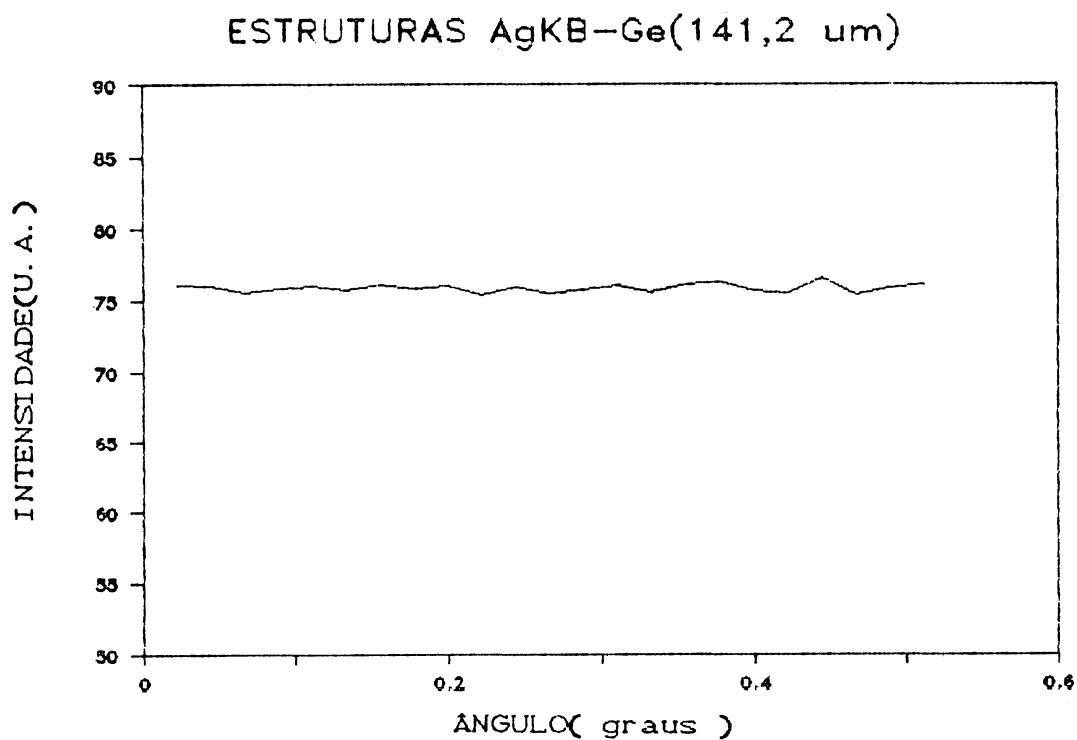


Fig.15 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $Agk\beta$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

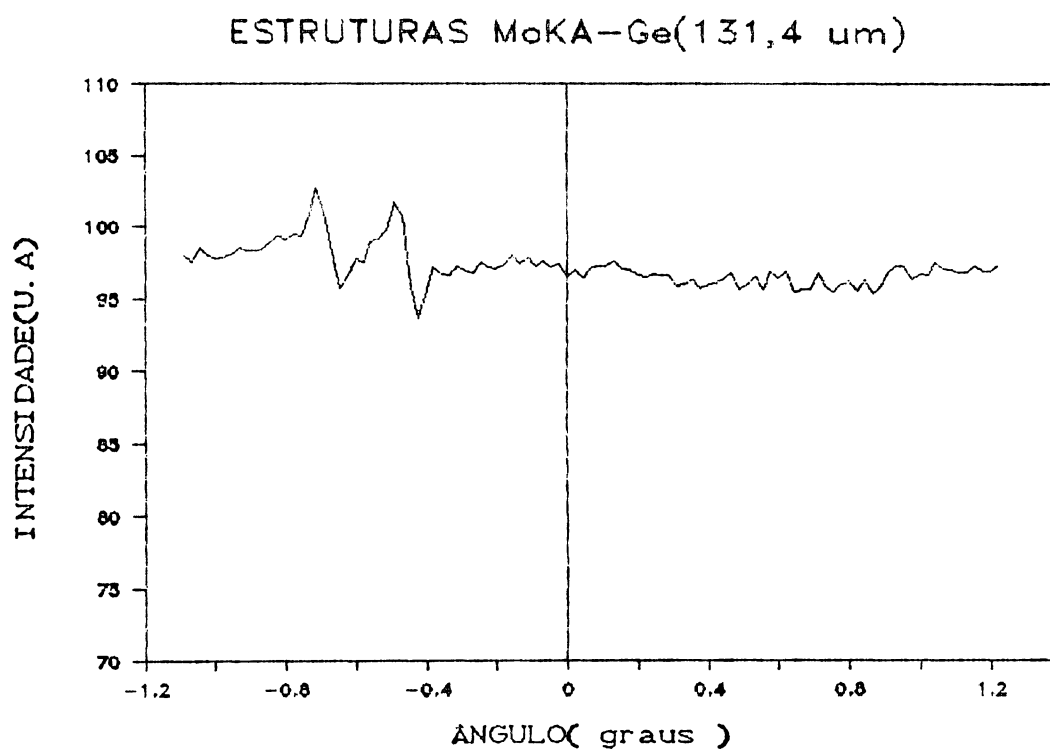


Fig.16 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{MoK}\alpha$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

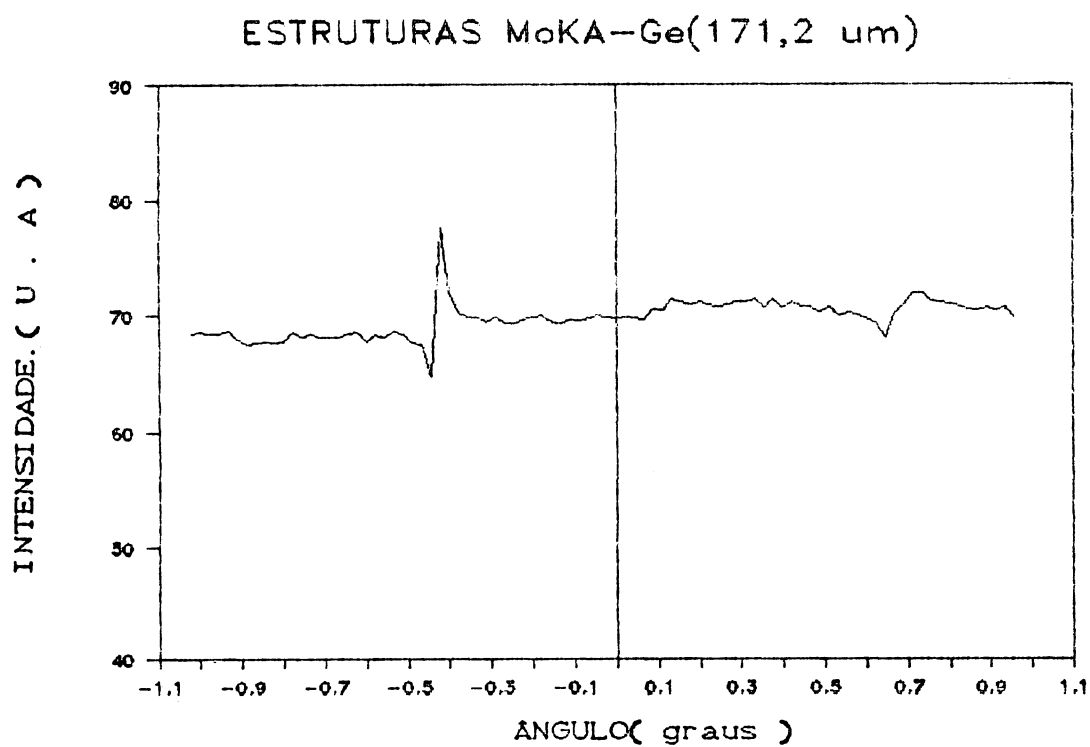


Fig.17 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{MoK}\alpha$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

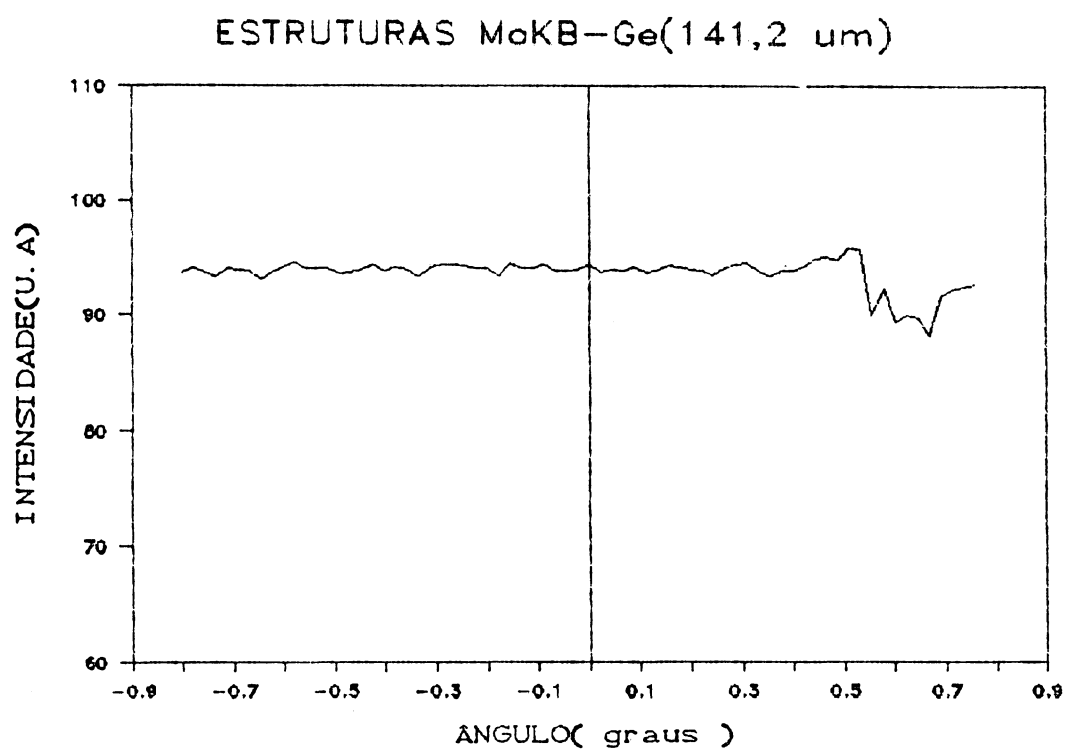


Fig.18 - Gráfico da busca de estrutura com a raia $\text{Mok}\beta$ (rot. em passos de $1/65$ graus) .

CAPITULO V

RESULTADOS E CONCLUSÕES

Nas tabelas de V.1 a V.6 , estão os valores medidos da atenuação , de I e I_0 , cujas intensidades foram normalizadas para fótons/segundo (f/s) , para cada amostra e para cada comprimento de onda ou raia . Na última linha dessas tabelas , estão os valores médios da atenuação $\langle \mu \rangle$ por comprimento de onda em cada amostra .

Na tabela V.7 , estão os valores médios da atenuação por raia , o erro relativo e o número de medidas da atenuação feito em cada raia .

Na Tabela V.8 , os valores da atenuação são expressos nas grandezas e unidades comumente utilizadas .

Na tabela V.9 , estão os valores da atenuação , do espalhamento incoerente , do espalhamento térmico difuso e da absorção fotoelétrica . Este foi obtido através da eq. II.10 .

Na tabela V.10 , os valores da absorção fotoelétrica são expressos nas grandezas e unidades utilizadas comumente .

Nas tabelas V.11 e V.12 , são comparados os valores da atenuação e absorção fotoelétrica , respectivamente , com os existentes na literatura . E na tabela V.13 estão os valores da parte imaginária do fator de espalhamento atômico f'' .

Na tabela V.14 , estão os valores da parte imaginária dos coeficientes de expansão de Fourier da susceptibilidade elétrica χ_{oi} , obtidos pela equação II.20 .

Inicialmente , foi planejado três medidas de atenuação por amostra em cada comprimento de onda , entretanto , nas amostras mais espessas , para quase todos os casos , esse número não foi mantido : devido ao tempo de medida ser muito longo . As medidas com a raia $\text{CuK}\alpha_1$ na amostra de $123,7 \mu\text{m}$, foram feitas seis vezes para testar a repetitividade das medidas .

TABELA V.1 — Valores da atenuação medidos com a raia $\text{CuK}\alpha_1$.

$\text{CuK}\alpha_1$	amostra 123,7 μm	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm
$I(\text{f/s})$	128,85	109,3	474,44
$I_0(\text{f/s})$	9.944	10.838	10.702
$\mu(\text{cm}^{-1})$	351,2	349,7	351,7
$I(\text{f/s})$	129,71	109,9	28,35
$I_0(\text{f/s})$	9.944	10.786	3.941
$\mu(\text{cm}^{-1})$	350,6	348,9	349,3
$I(\text{f/s})$	129,95	114,03	—
$I_0(\text{f/s})$	9.944	11.114	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	350,5	348,4	—
$I(\text{f/s})$	128,4	—	—
$I_0(\text{f/s})$	9.944	—	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	351,5	—	—
$I(\text{f/s})$	128,75	—	—
$I_0(\text{f/s})$	9.944	—	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	351,3	—	—
$I(\text{f/s})$	141,37	—	—
$I_0(\text{f/s})$	10.875	—	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	350,9	—	—
$\langle \mu \rangle$	$351,0 \pm 0,4$	$349,0 \pm 0,6$	$350,5 \pm 1,6$

TABELA V.2— Valores da atenuação medidos com a raia CuK β

CuK β	amostra 123,7 μm	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm
I(f/s)	123,07	87,71	69,39
I ₀ (f/s)	3.195	2.859	2.924
$\mu(\text{cm}^{-1})$	263,2	265,0	264,8
I(f/s)	120,41	96,72	71,64
I ₀ (f/s)	3.125	3.132	3.009
$\mu(\text{cm}^{-1})$	263,1	264,6	264,6
I(f/s)	123,29	101,24	—
I ₀ (f/s)	3.182	3.233	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	262,7	263,5	—
< μ >	262,9 \pm 0,3	264,3 \pm 0,7	263,9 \pm 0,9

TABELA V.3— Valores da atenuação medidos com a raia $\text{MoK}\alpha_1$

$\text{MoK}\alpha_1$	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm	amostra 171,2 μm
$I(\text{f/s})$	216,2	157,19	62,94
$I_0(\text{f/s})$	13.632	13.568	13.695
$\mu(\text{cm}^{-1})$	315,3	315,5	314,3
$I(\text{f/s})$	216,98	159,65	60,14
$I_0(\text{f/s})$	13.595	13.619	12.824
$\mu(\text{cm}^{-1})$	314,8	314,8	313,1
$I(\text{f/s})$	216,19	160,65	—
$I_0(\text{f/s})$	13.567	13.613	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	314,9	314,3	—
$\langle \mu \rangle$	$314,9 \pm 0,2$	$314,8 \pm 0,6$	$313,7 \pm 0,8$

TABELA V.4— Valores da atenuação medidos com a raia MoK β

MoK β	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm	amostra 171,2 μm
I(f/s)	250,57	200,14	—
I _o (f/s)	5.068	5.100	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	228,7	229,2	—
I(f/s)	250,8	—	—
I _o (f/s)	5.080	—	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	228,8	—	—
I(f/s)	253,79	—	—
I _o (f/s)	5.139	—	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	228,8	—	—
$\langle \mu \rangle$	228,8 \pm 0,05	229,2	—

TABELA V.5— Valores da atenuação medidos com a raia $\text{AgK}\alpha_1$

$\text{AgK}\alpha_1$	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm	amostra 171,2 μm
$I(f/s)$	576,74	494,78	298,54
$I_0(f/s)$	5.014	5.016	5.005
$\mu(\text{cm}^{-1})$	164,5	163,9	164,6
$I(f/s)$	574,01	496,88	296,56
$I_0(f/s)$	5.016	5.030	5.003
$\mu(\text{cm}^{-1})$	164,9	163,8	164,9
$I(f/s)$	579,39	497,98	301,01
$I_0(f/s)$	5.016	5.021	5.005
$\mu(\text{cm}^{-1})$	164,2	163,6	164,2
$\langle \mu \rangle$	$164,5 \pm 0,4$	$163,8 \pm 0,2$	$164,5 \pm 0,4$

TABELA V.6— Valores da atenuação medidos com a raia $\text{AgK}\beta$

$\text{AgK}\beta$	amostra 131,4 μm	amostra 141,2 μm	amostra 171,2 μm
$I(f/s)$	359,26	319,7	225,24
$I_o(f/s)$	1.692	1.703	1.701
$\mu(\text{cm}^{-1})$	117,9	118,4	118,0
$I(f/s)$	357,51	320,4	—
$I_o(f/s)$	1.694	1.701	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	118,3	118,2	—
$I(f/s)$	361,27	319,9	—
$I_o(f/s)$	1.697	1.701	—
$\mu(\text{cm}^{-1})$	117,7	118,3	—
$\langle \mu \rangle$	117,9 \pm 0,3	118,3 \pm 0,1	118,0

TABELA V.7— valores médios da atenuação por raia , determinados experimentalmente neste trabalho , erro relativo e número de medidas feitas em cada raia .

Raia	Atenuação média em (cm^{-1})	Erro relativo (%)	número de medidas
CuK α_1	350 \pm 1,0	0,3	11
CuK β	263,9 \pm 0,9	0,3	08
MoK α_1	314,6 \pm 0,7	0,2	08
MoK β	228,9 \pm 0,2	0,1	04
AgK α_1	164,3 \pm 0,4	0,3	09
AgK β	118,1 \pm 0,2	0,2	07

TABELA V.8— Valores da atenuação , determinados experimentalmente neste trabalho , nas grandezas e unidades comumente utilizadas .

Raia	Atenuação			
	μ (cm^{-1})	μ/ρ (cm^2/g)	σ ($\text{cm}^2/\text{átomo}$)	σ (barns)
CuK α_1	350,0	65,74	$7,923 \times 10^{-21}$	7.923
CuK β	263,9	49,57	$5,974 \times 10^{-21}$	5.974
MoK α_1	314,6	59,09	$7,122 \times 10^{-21}$	7.122
MoK β	228,9	42,99	$5,181 \times 10^{-21}$	5.181
AgK α_1	164,3	30,86	$3,719 \times 10^{-21}$	3.719
AgK β	118,1	22,18	$2,673 \times 10^{-21}$	2.673

TABELA V.9— Valores medidos da atenuação , dos espalhamentos incoerente e coerente calculados , e da absorção fotoelétrica resultante .

Raia	atenuação em (cm^{-1})	$\sigma_{\text{incoer.}}$ em (cm^{-1})	$\sigma(\text{TDS})$ em (cm^{-1})	absorção em (cm^{-1})
CuK α_1	350(1)	0,33	1,53	348,1(9)
CuK β	263,9(9)	0,36	1,54	262,0(9)
MoK α_1	314,6(7)	0,53	1,30	312,7(7)
MoK β	228,9(2)	0,55	1,24	227,1(2)
AgK α_1	164,3(4)	0,58	1,17	162,5(4)
AgK β	118,1(2)	0,60	1,08	116,4(2)

TABELA V.10— Valores da absorção fotoelétrica , determinados no presente trabalho , nas grandezas e unidades comumente utilizadas .

Raia	absorção fotoelétrica			
	μ (cm^{-1})	μ/ρ (cm^2/g)	σ ($\text{cm}^2/\text{átomo}$)	σ (barns)
CuK α_1	348,1(9)	65,39	$7,881 \times 10^{-21}$	7.881
CuK β	262,0(9)	49,21	$5,931 \times 10^{-21}$	5.931
MoK α_1	312,7(7)	58,74	$7,079 \times 10^{-21}$	7.079
MoK β	227,1(2)	42,66	$5,141 \times 10^{-21}$	5.141
AgK α_1	162,5(4)	30,52	$3,678 \times 10^{-21}$	3.678
AgK β	116,4(2)	21,86	$2,634 \times 10^{-21}$	2.634

TABELA V.11— Comparação entre os valores determinados experimentalmente da atenuação .

Raia	atenuação em (cm^{-1})		
	presente trabalho	H. S. W. ⁽¹¹⁾	P. E. ⁽¹⁰⁾
CuK α_1	350,0 \pm 1,0	354	352
CuK β	263,9 \pm 0,9	267	262
MoK α_1	314,6 \pm 0,7	320	318
MoK β	228,9 \pm 0,2	236	232
AgK α_1	164,3 \pm 0,4	169	167
AgK α_1	118,1 \pm 0,2	122	121

TABELA V.12— Comparação entre valores da absorção fotoelétrica , entre os teóricos de C.L. ⁽⁷⁾ e H.S.W. ⁽⁹⁾ com os medidos no presente trabalho e os determinados experimentalmente a partir dos trabalhos de P.E. ⁽¹⁰⁾ e H.S.W. ⁽¹¹⁾.

Raia	absorção fotoelétrica em (cm^{-1})				
	presente trabalho	P. E. ⁽¹⁰⁾	H. S. W. ⁽¹¹⁾	C. L. ⁽⁷⁾	H. S. W. ⁽⁹⁾
CuK α_1	348,1	350	352	340	336
CuK β	262	260	265	256	251
MoK α_1	312,7	316	318	319	327
MoK β	227,1	230	234	232	240
AgK α_1	162,5	165	167	167	172
AgK β	116,4	119	120	119	125

TABELA V.13— Valores de f'' : obtidos experimentalmente no presente trabalho , teóricamente por C.L.⁽⁷⁾ e de origem experimental por Gerward et al.⁽²⁴⁾ .

Raia	f''		
	presente trabalho	C.L. ⁽⁷⁾	Gerward ⁽²⁴⁾
CuK α_1	0,907(3)	0,887	0,92
CuK β	0,756(2)	0,739	—
MoK α_1	1,771(4)	1,806	1,84
MoK β	1,443(1)	1,476	—
AgK α_1	1,167(2)	1,196	1,20
AgK β	0,940(1)	0,963	—

TABELA V.14 — Valores da parte imaginária dos coeficientes da expansão de Fourier da susceptibilidade elétrica χ_{oi} , determinado a partir dos valores da absorção do presente trabalho .

Raia	P. T.	Pinsker ⁽²⁶⁾
CuK α_1	8,53(2) $\times 10^{-7}$	8,637 $\times 10^{-7}$
CuK β	5,85(2) $\times 10^{-7}$	—
MoK α_1	3,530(8) $\times 10^{-7}$	3,593 $\times 10^{-7}$
MoK β	2,285(2) $\times 10^{-7}$	—
AgK α_1	1,446(3) $\times 10^{-7}$	1,493 $\times 10^{-7}$
AgK β	0,920(2) $\times 10^{-7}$	—

Os valores obtidos experimentalmente da atenuação , no presente trabalho , tem precisão entre 0,1% e 0,3% . Para tentar evitar erros sistemáticos e garantir a consistência desses valores é que : as medidas foram feitas em três amostras de espessuras diferentes ; em cada amostra foi feita mais de uma medida ; cada medida foi feita em várias posições angulares próximas umas das outras e com estatística cujo desvio padrão foi da ordem de 0,1% em cada posição . Além do que , todas as medidas foram feitas fora das condições de Bragg , pelo menos naquelas , nas quais as variações na intensidade foram as menores possíveis .

A comparação dos valores da atenuação do presente trabalho com os de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ (1970) e Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾ (1973) , todos obtidos experimentalmente , mostra que os valores do presente trabalho são sistematicamente menores , exceto a raia $\text{CuK}\beta$ cujo valor é maior que o de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ . Isso provavelmente se deve ao cuidado de se medir a atenuação fora das condições de difração que ocorrem e que esses autores , provavelmente não evitaram . Uma vez que eles conheciam a transmissão anômala , situação na qual o feixe transmitido sofre um aumento significativo de intensidade dependendo da posição da amostra , e consequentemente , uma diminuição no valor da atenuação , é possível que eles tenham evitado essa condição e não se preocupado com a inversa , onde o feixe tem uma diminuição na intensidade , e consequentemente , um aumento no valor da atenuação . E isso ocorrendo , a atenuação média é maior que a atenuação

medida fora dessas condições .

Gerward⁽²⁵⁾ (1982) , mediu a atenuação do silício para a raia $\text{CuK}\alpha_1$, em três posições angulares diferentes , e tomou o menor dos três valores como sendo o isento das condições de difração , prevendo que os valores medidos sem difração são sempre os menores : o que não é verdade , pois as condições de difração podem afetar a atenuação para mais ou para menos , o que pode ser visto nos gráficos de busca de estruturas das figuras de 8 a 18 .

O trabalho de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ (1970) , não registra a barra de erro das medidas de atenuação , também não cita a precisão da medida da espessura das amostras , a qualidade do cristal e da superfície delas . Como também não faz distinção entre atenuação e absorção fotoelétrica .

O trabalho de Hildebrandt , Stenphenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾ (1973) , cita que a medida da espessura das amostras foi feita com um instrumento cuja precisão é de $0,5 \mu\text{m}$, e isso representa um erro de aproximadamente 0,5% na espessura das amostras deles , bem como , um erro de no mínimo 0,5% na atenuação . Os autores não citam a barra de erro nas medidas da atenuação , não citam a qualidade da superfície das suas amostras e não fazem distinção entre absorção e atenuação . Consequentemente , não consideram os espalhamentos envolvidos .

Os valores aqui obtidos da absorção fotoelétrica através da equação (II.10) e (III.3) , tem precisão igual aos da atenuação nos correspondentes comprimentos de onda . Isso porque os espalhamentos Compton e térmico di-

fuso , mesmo que tenham erros grosseiros nos valores aqui calculados das suas secções de choque , não podem afetar o valor da absorção com erros maiores que os da atenuação .

No gráfico da figura 19 , estão plotados os valores da absorção fotoelétrica calculados por Cromer e Liberman⁽⁷⁾ (C.L.) e os do presente trabalho (P.T.) . A comparação entre esses valores mostra que abaixo da borda de absorção do germânio , os valores do presente trabalho são maiores que os de Cromer e Liberman, e que acima da borda são menores .

No gráfico da figura 20 , estão plotadas as diferenças entre os valores da absorção do presente trabalho em relação aos de Cromer e Liberman⁽⁷⁾ , como também , a diferença entre os valores da absorção obtida dos trabalhos experimentais de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ (P.E.⁽¹⁰⁾) e Hildebrandt Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾ (H.S.W.⁽¹¹⁾) , também em relação aos de Cromer e Liberman (tomado como eixo das abcissas) . Esse gráfico mostra que todos os valores experimentais , abaixo da borda de absorção , estão acima dos valores teóricos de Cromer e Liberman , e apresentam uma tendência de crescimento com a diminuição da energia . No entanto , é preciso considerar que a medida que a energia diminui , cresce a dificuldade experimental de se medir a atenuação , o que pode aumentar o erro nessas medidas . É justamente devido a essas dificuldades , que no presente trabalho se mediu a atenuação para sómente dois comprimentos de onda abaixo da borda .

Acima da borda de absorção , os valores experimentais do presente trabalho e os de Person e Efimov ficam sistematicamente abaixo dos valores de Cromer e Liberman , enquanto que os de Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld , oscilam em torno deles , indicando uma tendência dos valores experimentais se manterem abaixo dos valores teóricos . As dificuldades experimentais diminuem com o crescimento da energia acima da borda , isso porque a atenuação decresce com crescimento da energia , e a possibilidade de erros experimentais também diminuem , se as medidas forem feitas acima da região de EXAFS (aproximadamente 300 eV acima da borda) . Isso pode explicar a tendência das diferenças se estabilizarem .

No gráfico da figura 21 , estão plotados as diferenças entre os valores da absorção do presente trabalho , dos trabalhos de Person e Efimov , Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld , Gerward e Thuesen⁽¹⁸⁾ (que mediu a atenuação do germânio no intervalo de energia entre 25 Kev e 50 Kev) e Gerward⁽⁶⁾ (que mediu a atenuação do cobre no intervalo de energia entre 5 Kev e 50 Kev) , em relação aos de Cromer e Liberman . Nesse gráfico , se confirma a tendência dos valores experimentais , abaixo da borda , serem sistematicamente maiores que os de Cromer e Liberman , com uma tendência de crescimento com a diminuição da energia , enquanto acima da borda , a tendência dos valores é ficarem abaixo dos de Cromer e Liberman , porém , de se manterem próximos , não só para os valores de absorção do germânio , mas também , para os do cobre .

Essa comparação mostra a necessidade de medidas mais precisas da atenuação , abaixo e acima da borda de absorção , abaixo e acima do intervalo de energia entre 8 Kev e 25 Kev para o germânio , que é o intervalo no qual se fez as medidas do presente trabalho , para esclarecer essas discrepâncias entre os valores teóricos e experimentais , bem como , estabelecer melhores valores experimentais , não só para o germânio , mas também para outros elementos .

Um dos objetivos ao se medir a atenuação em três amostra com espessuras diferentes , era verificar se havia alguma dependência dos valores medidos com a variação da espessura delas . Nos valores da atenuação obtidos experimentalmente no presente trabalho , não se verificou nenhuma dependência destes com a espessura das amostras .

Como nos trabalhos de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ e Hildebrandt , Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾ , não foram publicadas as barras de erros das medidas de atenuação , não é possível verificar se as diferenças entre os valores medidos no presente trabalho e nos trabalhos deles , estão dentro das barras de erros das medidas deles . Isso seria importante , pois permitiria verificar de quanto melhorou a precisão das medidas de atenuação , para os comprimentos de onda utilizados , com os cuidados empregados .

Os valores da parte imaginária do fator de espalhamento atômico f'' aqui obtidos , para o germânio , tem a mesma precisão que os da absorção fotoelétrica do presente trabalho , pois f'' é diretamente proporcional a absorção .

Os valores de f'' de Gerward et al⁽²⁴⁾, foram obtidos a partir dos dados experimentais de Person e Efimov⁽¹⁰⁾ e Hildebrandt, Stephenson e Wagenfeld⁽¹¹⁾.

O método usado no presente trabalho para medir a atenuação, não pode ser aplicado para uma amostra policristalina, pois nesse caso, a amostra estaria difratando sempre, e isso afetaria o resultado a menos que se calcule com precisão a difração envolvida. No entanto, esse método se aplica a qualquer cristal perfeito, o que foi feito por Cusatis⁽⁴⁾ para medir a atenuação do silício.

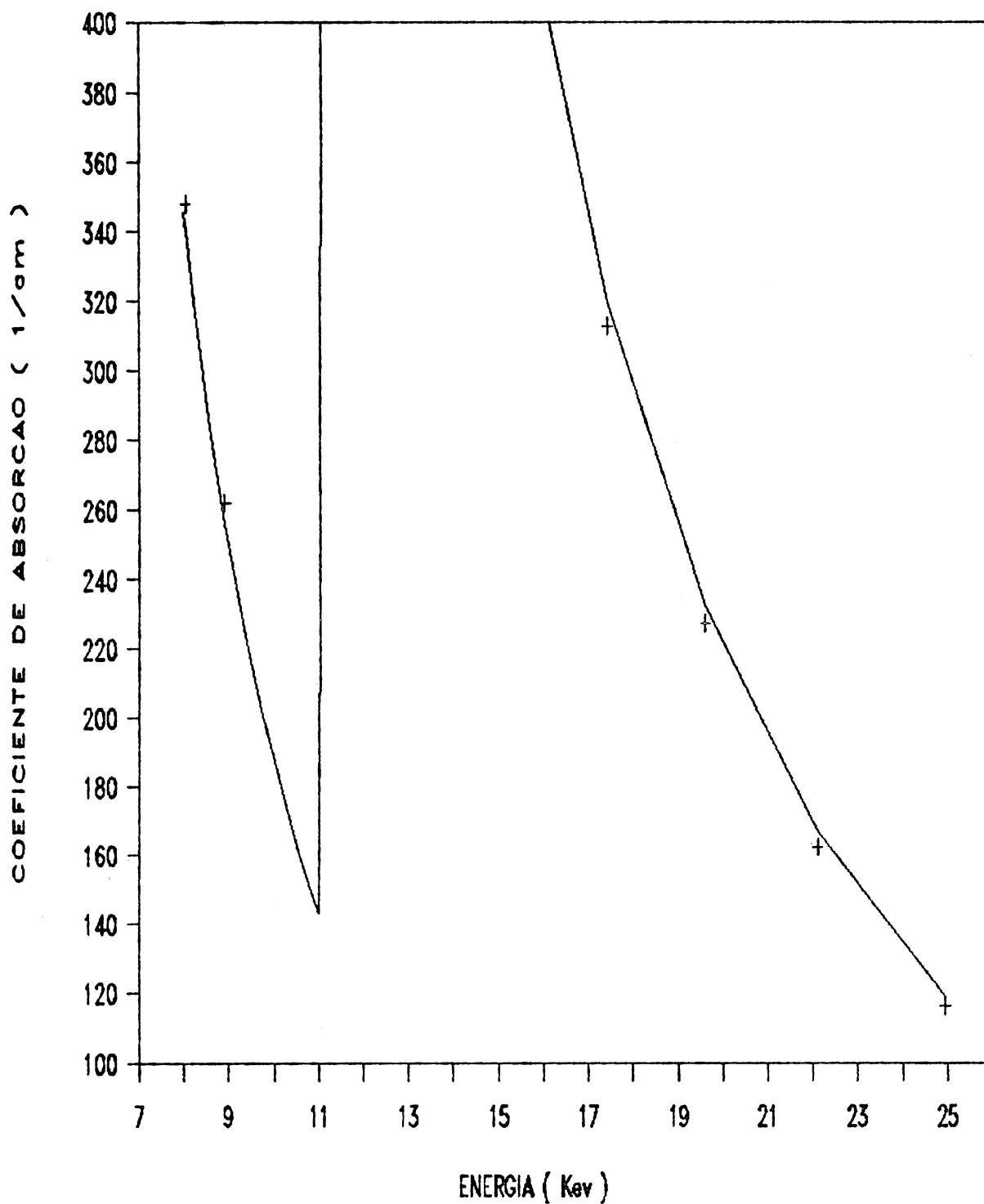


Fig.19- Gráfico de comparação dos valores da absorção fotoelétrica , do presente trabalho(+ P.T.) com os teóricos de (- C.L. e₇).

COMPARAÇÃO ENTRE OS VALORES DE ABSORÇÃO

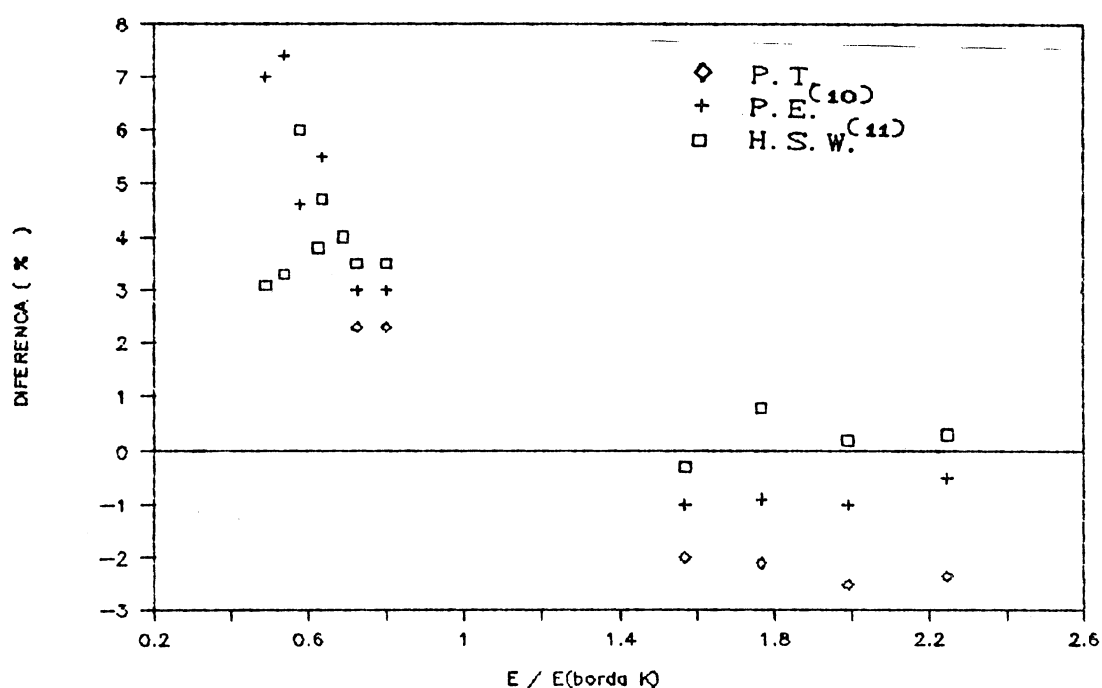


Fig. 20- Gráfico das diferenças entre os valores da absorção fotoelétrica de origem teórica(C.L.) com os experimentais(P. T., H. S. W., P. E.), do germânio .

COMPARAÇÃO ENTRE OS VALORES DE ABSORÇÃO

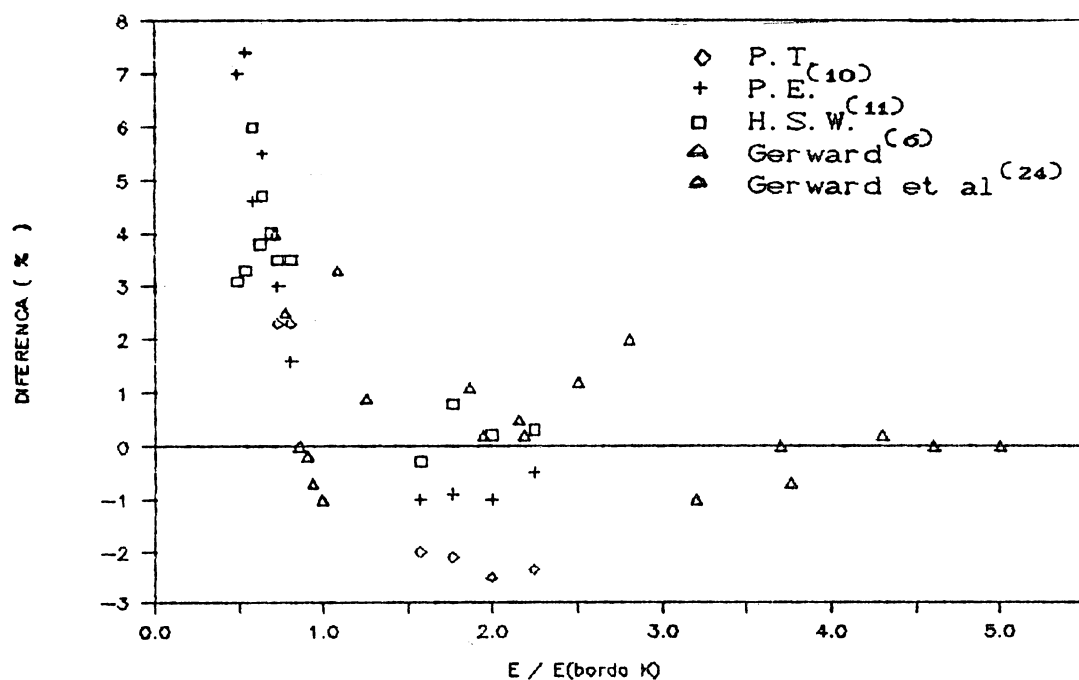


Fig. 21- Gráfico das diferenças entre os valores da absorção fotoelétrica de origem teórica(C.L.) com os experimentais(P. T., H. S. W., P. E. Gerward e Gerward et al), do germânio e do cobre .

APÊNDICE A

DADOS DAS MEDIDAS DE ATENUAÇÃO

Os dados abaixo , são os valores coletados de I e I_0 , sem a correção do tempo morto . Cada conjunto de dados foi coletado para uma raia e uma amostra , sendo que cada dado foi coletado durante um determinado intervalo de tempo t , afastados entre si(pela rotação da amostra)de um ângulo θ . No fim do conjunto de dados estão : a média M , a média por segundo $M(f/s)$ e o erro relativo .

$CuK\alpha_1$ — amostra 123,7 μm

I — $t = 6.600$ seg. — $\theta = 1,33'$

852.214 , 850.188 , 849.285 , 848.847 , 846.374 , 852.329 ,
855.057 , 854.933 .

$M = 851.153$ $M(f/s) = 128,96$ $\sigma = 0,35\%$.

I — $t = 6.600$ seg. — $\theta = 1,33'$

857.428 , 859.411 , 860.357 , 863.071 , 861.352 , 859.799 ,
853.496 , 852.148 , 852.048 , 849.061 .

$M = 856.817$ $M(f/s) = 129,82$ $\sigma = 0,5\%$.

I — $t = 7.500$ seg. — $\theta = 1,33'$

980.651 , 982.436 , 985.735 , 975.189 , 969.921 , 970.693 ,
970.224 , 973.321 , 975.486 , 976.093 , 970.084 .

$M = 975.439$ $M(f/s) = 130,05$ $\sigma = 0,5\%$.

I — $t = 7.500$ seg. — $\theta = 1,33'$

966.514 , 964.530 , 961.236 , 958.616 , 962.895 , 961.441 ,
961.202 , 963.913 , 967.535 , 967.001 , 967.463 .

$$M = 963,868 \quad M(f/s) = 128,51 \quad \sigma = 0,3\%$$

I — $t = 7.500$ seg. — $\theta = 1,33'$

963.396 , 963.046 , 966.479 , 969.536 , 970.163 .

$$M = 966,524 \quad M(f/s) = 128,86 \quad \sigma = 0,3\%$$

Io — t = 600 sec.

5.597.912 , 5.597.960 , 5.594.326 , 5.595.492 , 5.599.366 ,
5.598.416 , 5.604.851 , 5.605.804 , 5.602.504 , 5.601.403 ,
5.601.535 , 5.605.179 , 5.602.906 , 5.602.090 , 5.611.843 ,
5.607.994 , 5.612.290 , 5.613.859 , 5.613.859 , 5.613.257 ,
5.611.342 .

$$M = 5.604.485 \quad M(f/s) = 9340,8 \quad \sigma = 0,1\% .$$

I — $t = 6.600 \text{ seg.} — \theta = 1,33'$

935.206 , 938.034 , 938.344 , 935.929 , 932.010 , 930.237 ,
930.009 , 931.294 , 931.481 .

$$M = 933,616 \quad M(f/s) = 141,45 \quad \sigma = 0,3\%$$

$I_0 \quad \text{---} \quad t = 100 \text{ sec.}$

1.016.097 , 1.016.768 , 1.016.153 , 1.015.419 , 1.017.397 ,
1.015.990 , 1.017.247 , 1.016.731 , 1.015.241 , 1.017.159 ,
1.015.859 , 1.015.427 , 1.015.675 , 1.012.459 , 1.014.682 ,
1.014.519 , 1.014.883 , 1.015.635 .

$$M = 1.015.741 \quad M(f/s) = 10.157 \quad \sigma = 0,1\% .$$

CuK α_1 — amostra 131,4 μm .

I — $t = 9.000 \text{ seg.} — \theta = 1,33'$

987.154 , 985.091 , 982.035 , 980.274 , 979.855 , 979.623 ,
980.554 , 988.289 , 992.221 , 993.590 , 990.630 .

$M = 985.392$ $M(f/s) = 109,48$ $\sigma = 0,5\%$.

I_0 — $t = 100 \text{ seg.}$

1.014.152 , 1.011.387 , 1.010.910 , 1.010.825 , 1.012.648 ,
1.011.302 , 1.012.382 , 1.012.905 , 1.012.694 , 1.012.767 ,
1.014.039 , 1.014.026 , 1.010.847 , 1.013.011 , 1.010.363 ,
1.011.859 , 1.014.459 , 1.013.426 , 1.013.659 , 1.014.086 .

$M = 1.012.587$ $M(f/s) = 10.125$ $\sigma = 0,12\%$.

I — $t = 9.000 \text{ seg.} — \theta = 1,33'$

991.785 , 989.408 , 991.340 , 987.892 , 989.818 , 990.184 ,
991.037 , 993.424 , 990.438 , 989.040 .

$M = 990.436$ $M(f/s) = 110.04$ $\sigma = 0,15\%$.

I_0 — $t = 100 \text{ seg.}$

1.007.469 , 1.007.797 , 1.007.118 , 1.007.209 , 1.009.697 ,
1.008.107 , 1.007.221 , 1.008.055 , 1.007.571 , 1.008.473 ,
1.008.031 , 1.008.369 , 1.008.437 , 1.008.284 , 1.008.020 ,
1.008.497 , 1.009.829 , 1.007.520 , 1.007.809 , 1.007.529 .

$M = 1.008.052$ $M(f/s) = 10.080$ $\sigma = 0,07\%$.

I — $t = 7.500 \text{ seg.} — \theta = 1,33'$

849.640 , 852.102 , 854.513 , 856.531 , 856.150 , 857.075 ,
857.469 , 858.600 , 859.348 , 859.610 , 857.808 .

$M = 856.258$ $M(f/s) = 114,16$ $\sigma = 0,3\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.037.107 , 1.037.300 , 1.036.147 , 1.037.360 , 1.038.274 ,
 1.036.463 , 1.036.116 , 1.036.538 , 1.037.927 , 1.035.947 ,
 1.038.265 , 1.036.106 , 1.038.353 , 1.035.245 , 1.035.509 ,
 1.036.067 , 1.036.757 , 1.036.057 , 1.034.740 , 1.036.717 .

$M = 1.036.650$ $M(f/s) = 10.366$ $\sigma = 0,1\%$.

Cukα — amostra 141,2 μm

I — $t = 10.500$ seg. — $\theta = 1,33'$

784.462 , 784.393 , 785.558 , 785.161 , 783.626 , 781.639 ,
 780.189 .

$M = 783.575$ $M(f/s) = 74.62$ $\sigma = 0,2\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.000.564 , 1.000.800 .

$M = 1.000.682$ $M(f/s) = 10.006$ $\sigma = 0,08\%$.

I — $t = 10.500$ seg. — $\theta = 1,33'$

300.152 , 299.895 , 299.704 , 299.508 , 300.397 , 300.024 ,
 300.123 .

$M = 299.971$ $M(f/s) = 28.56$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

382.811 , 384.169 , 383.776 , 383.235 , 383.335 , 384.087 ,
 383.282 , 385.013 , 383.350 , 385.791 , 385.999 , 384.997 ,
 384.171 , 384.374 , 384.724 , 384.690 , 384.046 , 385.035 ,
 385.020 , 385.806 .

$M = 384.385$ $M(f/s) = 3.843,8$ $\sigma = 02\%$

CuK β — amostra 123,7 μm

I — $t = 8.400 \text{ seg.} — \theta = 0.8'$

1.037.873 , 1.039.689 , 1.038.850 , 1.040.334 , 1.038.298 ,
1.032.572 , 1.031.344 , 1.029.908 , 1.031.047 , 1.028.956 .

$M = 1.034.787$ $M(f/s) = 123,19$ $\sigma = 1,4\%$.

I_0 — $t = 300 \text{ seg.}$

937.398 , 936.780 , 939.018 , 939.601 , 941.092 , 940.236 ,
940.561 , 940.559 , 937.673 , 939.569 .

$M = 939.249$ $M(f/s) = 3.130$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 8.400 \text{ seg.} — \theta = 0.8'$

1.015.588 , 1.013.760 , 1.009.304 , 1.010.184 , 1.011.032 ,
1.010.822 , 1.009.794 , 1.009.410 , 1.015.804 , 1.019.498 .

$M = 1.012.516$ $M(f/s) = 120,53$ $\sigma = 0,3\%$.

I_0 — $t = 300 \text{ seg}$

918.497 , 916.773 , 919.546 , 918.100 , 919.291 , 920.616 ,
920.775 , 917.806 , 919.427 , 918.224 .

$M = 918.905$ $M(f/s) = 3.063$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 8.400 \text{ seg.} — \theta = 0,8'$

1.036.459 , 1.037.491 , 1.037.221 , 1.038.174 , 1.035.266 ,
1.035.819 , 1.036.288 , 1.036.451 , 1.036.710 .

$M = 1.036.653$ $M(f/s) = 123,41$ $\sigma = 0.08\%$.

I_0 — $t = 300 \text{ seg.}$

934.694 , 936.251 , 936.834 , 935.848 , 935.912 , 936.905 ,
935.310 , 935.648 , 932.833 , 934.713 , 934.905 .

$M = 935.441$ $M(f/s) = 3.118$ $\sigma = 0,1\%$.

CuK β — amostra 131,4 μm

I — $t = 9.000 \text{ seg.} — \theta = 0,8'$

790.538 , 789.517 , 787.577 , 787.854 , 788.588 , 788.559 ,
795.702 , 798.080 , 791.260 .

M = 790.852 M(f/s) = 87,87 $\sigma = 0,4\%$.

I₀ — $t = 100 \text{ seg.}$

282.057 , 280.025 , 279.742 , 280.773 , 280.626 , 280.874 ,
281.337 , 279.913 , 280.763 , 281.058 , 280.779 , 281.668 ,
280.454 , 280.009 , 280.593 .

M = 280.711 M(f/s) = 2.807 $\sigma = 0,2\%$.

I — $t = 9.000 \text{ seg.} — \theta = 0,8'$

868.486 , 873.040 , 874.431 , 870.887 , 870.534 , 873.039 ,
875.459 , 869.031 .

M = 871.863 M(f/s) = 96,87 $\sigma = 0,3\%$.

I₀ — $t = 360 \text{ seg.}$

1.107.642 , 1.110.432 , 1.107.711 , 1.110.997 , 1.110.659 ,
1.110.827 , 1.111.090 , 1.111.816 , 1.111.252 , 1.109.621 ,
1.110.279 , 1.111.880 , 1.112.140 , 1.113.055 , 1.112.350 ,
1.116.041 , 1.110.766 , 1.109.481 , 1.108.694 , 1.108.045 ,
1.108.203 , 1.099.082 , 1.092.772 , 1.092.666 , 1.088.847 ,
1.091.885 , 1.091.775 , 1.090.963 , 1.095.680 , 1.096.797 .

M = 1.105.448 M(f/s) = 3.070 $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 9.000 \text{ seg.} — \theta = 0,8'$

908.217 , 909.635 , 907.244 , 910.801 , 915.533 , 916.116 ,
915.009 , 915.040 , 915.348 .

M = 912.549 M(f/s) = 101,39 $\sigma = 0,4\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

316.000 , 316.499 , 315.322 , 316.753 , 316.592 , 315.848 ,
315.902 , 316.723 , 315.931 , 316.297 .

$M = 316.714$ $M(f/s) = 3.167$ $\sigma = 0,1\%$.

$CuK\beta$ — amostra 141,2 μm

I — $t = 10.500$ seg. — 0,8'

734.593 , 735.212 , 731.049 , 727.874 , 729.488 , 728.106 ,
727.464 .

$M = 730.540$ $M(f/s) = 69,57$ $\sigma = 0,4\%$.

I_0 — $t = 300$ seg.

858.586 , 859.071 , 860.968 , 861.949 , 961.202 , 861.884 ,
862.586 , 862.449 , 861.045 , 861.797 .

$M = 861.153$ $M = 2.870$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 10.500$ seg. — 0,8'

757.562 , 759.549 , 754.599 , 750.078 , 752.469 , 752.494 ,
752.604 .

$M = 754.193$ $M(f/s) = 71,82$ $\sigma = 0,4\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

294.248 , 294.972 , 294.126 , 295.483 , 294.509 , 296.107 ,
295.270 , 296.295 , 295.680 , 296.284 .

$M = 295.297$ $M(f/s) = 2.952$ $\sigma = 0,3\%$.

$AgK\alpha_1$ — amostra 131,4 μm

I — $t = 1.800$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.039.809 , 1.034.045 , 1.026.698 , 1.033.735 , 1.035.079 ,
1.035.442 , 1.035.594 , 1.035.175 , 1.034.504 , 1.036.375 .

$M = 1.034.504$ $M(f/s) = 574,8$ $\sigma = 0,3\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

971.548 , 971.784 , 971.998 , 970.256 , 971.435 , 970.344 ,
971.912 , 970.985 .

$M = 971.282$ $M(f/s) = 4.856$ $\sigma = 0,07\%$.

I — $t = 1.800$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.028.624 , 1.029.656 , 1.029.380 , 1.029.830 , 1.030.077 ,
1.029.594 , 1.030.450 , 1.030.808 , 1.030.069 , 1.029.229 .

$M = 1.029.762$ $M(f/s) = 572,09$ $\sigma = 0,06\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

972.191 , 972.180 , 972.735 , 972.069 , 969.789 , 971.484 ,
971.897 , 971.267 .

$M = 971.701$ $M(f/s) = 4.858$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 1.800$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.039.091 , 1.039.119 , 1.040.902 , 1.037.308 , 1.039.724 ,
1.037.887 , 1.039.465 , 1.039.050 , 1.041.548 , 1.039.707 .

$M = 1.039.380$ $M(f/s) = 577,43$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

972.628 , 971.189 , 970.331 , 972.726 , 972.110 , 971.251 ,
970.902 , 970.480 , 973.206 , 971.086 , 971.198 , 971.730 ,
971.724 .

$M = 971.581$ $M(f/s) = 4.857$ $\sigma = 0,1\%$.

$AgK\alpha_1$ — amostra 141,2 μm

I — $t = 2.100$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.029.970 , 1.034.199 , 1.035.182 , 1.036.817 , 1.036.711 ,

1.036.875 , 1.038.571 , 1.038.137 , 1.037.665 , 1.037.110 .

$M = 1.036.123$ $M(f/s) = 493,4$ $\sigma = 0,2\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

971.584 , 972.207 , 971.711 , 973.328 , 970.901 , 970.386 ,
971.857 , 970.996 .

$M = 971.621$ $M(f/s) = 4.858$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 2.100$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.033.400 , 1.041.283 , 1.041.200 , 1.042.450 , 1.042.441 ,
1.042.137 , 1.042.669 , 1.040.479 , 1.039.780 , 1.039.600 .

$M = 1.040.543$ $M(f/s) = 495,5$ $\sigma = 0,2\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

977.166 , 974.207 , 974.264 , 974.276 , 972.886 , 974.414 ,
975.247 , 973.708 , 973.030 , 973.616 .

$M = 974.281$ $M(f/s) = 4.871$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 2.100$ seg. — $\theta = 0,5'$

1.046.304 , 1.044.330 , 1.044.627 , 1.045.602 , 1.043.560 ,
1.037.849 , 1.037.641 .

$M = 1.042.844$ $M(f/s) = 496,6$ $\sigma = 0,3\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

973.824 , 973.473 , 972.496 , 973.771 , 972.155 , 971.296 ,
971.299 , 971.045 , 973.461 , 973.509 .

$M = 972.632$ $M(f/s) = 4.863$ $\sigma = 0,1\%$.

AgK α 1 — amostra 171,2 μ m

I — $t = 3.300$ seg. — $\theta = 0,5'$

985.017 , 984.670 , 983.143 , 982.968 , 985.665 , 982.622 .

$M = 984.014$ $M(f/s) = 298,18$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

969.400 , 969.725 , 971.126 , 971.026 , 969.298 , 968.888 ,
968.798 , 969.065 , 970.240 .

$M = 969.729$ $M(f/s) = 4.848$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 3.300$ seg. — $\theta = 0,5'$

977.213 , 975.973 , 979.383 , 979.062 , 977.692 , 977.277 ,
974.723 , 977.221 , 977.471 , 978.906 .

$M = 977.492$ $M(f/s) = 296,2$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

969.430 , 969.809 , 969.171 , 969.450 , 968.373 , 967.832 ,
969.659 , 968.090 , 969.380 , 970.809 .

$M = 969.200$ $M(f/s) = 4.846$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 3.300$ seg. — $\theta = 0,5'$

993.033 , 992.852 , 993.371 , 990.537 , 992.622 , 991.416 .

$M = 992.305$ $M(f/s) = 300,7$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 200$ seg.

970.843 , 968.941 , 969.601 , 968.718 , 968.108 , 968.827 ,
968.633 , 967.605 , 968.727 , 968.399 .

$M = 968.840$ $M(f/s) = 4.848$ $\sigma = 0,1\%$.

$AgK\beta$ — amostra 131,4 μm

I — $t = 2.700$ seg. — $\theta = 0,42'$

968.466 , 968.749 , 970.056 , 968.931 , 968.504 , 967.470 ,
966.799 , 967.700 .

$M = 968.334$ $M(f/s) = 358,6$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 600$ seg.

1.005.057 , 1.005.737 , 1.004.349 , 1.004.848 , 1.005.596 ,
1.004.233 .

$M = 1.004.970$ $M(f/s) = 1.674$ $\sigma = 0,06\%$.

I — $t = 2.700$ seg. — $\theta = 0,42'$

962.617 , 963.145 , 964.429 , 964.164 , 964.403 , 963.774 ,
963.708 , 960.899 , 964.655 , 964.724 .

$M = 963.651$ $M(f/s) = 356,9$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 600$ seg.

1.007.307 , 1.006.744 , 1.004.896 , 1.004.062 , 1.006.296 ,
1.006.578 .

$M = 1.005.980$ $M(f/s) = 1.676$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 2.700$ seg. — $\theta = 0,42'$

977.538 , 972.847 , 970.564 , 974.672 , 971.997 , 973.349 ,
974.694 , 974.244 .

$M = 973.738$ $M(f/s) = 360,4$ $\sigma = 0,2\%$.

I_0 — $t = 500$ seg.

839.724 , 840.433 , 839.729 , 840.239 , 839.621 .

$M = 839.949$ $M(f/s) = 1.679$ $\sigma = 0,04\%$.

$AgK\beta$ — amostra 141,2 μm

I — $t = 3.000$ seg. — $\theta = 0,42'$

959.208 , 958.555 , 958.295 , 957.559 , 956.484 , 958.333 ,
957.203 , 956.426 .

$M = 957.757$ $M(f/s) = 319,2$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 500$ seg.

843.270 , 843.896 , 842.638 , 841.256 , 843.482 , 843.518 .

$M = 842.843$ $M(f/s) = 1.685$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 3.000$ seg. — $\theta = 0,42'$

960.987 , 959.522 , 960.974 , 958.762 , 959.449 , 959.337 ,

959.860 , 962.057 , 958.515 , 959.040 .

$M = 959.850$ $M(f/s) = 319,9$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 500$ seg.

841.993 , 842.792 , 840.992 , 842.239 , 841.618 , 840.205 .

$M = 841.639$ $M(f/s) = 1.683$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 3.000$ seg. — $\theta = 0,42'$

956.951 , 959.599 , 958.886 , 958.233 , 958.518 , 959.365 ,

957.003 , 957.291 .

$M = 958.230$ $M(f/s) = 319,4$ $\sigma = 0,1\%$

I_0 — $t = 500$ seg.

841.147 , 841.576 , 842.777 , 842.458 , 842.126 , 841.019 .

$M = 841.850$ $M(f/s) = 1.683$ $\sigma = 0,1\%$.

$AgK\beta$ — amostra 171,2 μm

I — $t = 4.500$ seg. — $\theta = 0,42'$

1.013.730 , 1.016.220 , 1.013.927 , 1.013.934 , 1.013.219 ,

1.013.809 , 1.011.906 , 1.012.969 , 1.013.540 , 1.012.451 ,

1.012.244 , 1.011.677 , 1.010.289 , 1.012.439 , 1.012.933 ,

1.012.271 , 1.013.888 , 1.015.648 .

$M = 1.013.099$ $M(f/s) = 225.1$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 500$ seg.

842.671 , 842.052 , 841.157 , 841.884 , 841.487 , 842.379 ,
841.992 , 841.909 .

$M = 841.941$ $M(f/s) = 1.683$ $\sigma = 0,05\%$.

$MoK\alpha_1$ — amostra 131.4 μm

I — $t = 4.500$ seg. — $\theta = 0,75'$

969.005 , 972.044 , 973.806 , 973.254 , 973.091 , 973.780 ,
973.611 , 970.474 .

$M = 972.495$ $M(f/s) = 216,1$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.251.290 , 1.252.315 , 1.252.272 , 1.251.952 , 1.254.254 ,
1.253.678 , 1.255.661 , 1.250.126 , 1.251.099 , 1.251.044 .

$M = 1.252.369$ $M(f/s) = 12.523$ $\sigma = 0,1\%$

I — $t = 4.500$ seg. — $\theta = 0,75'$

979.254 , 975.188 , 975.307 , 973.505 , 974.243 , 976.825 ,
976.844 , 977.056 .

$M = 976.027$ $M(f/s) = 216,9$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.248.318 , 1.249.640 , 1.249.689 , 1.249.112 , 1.250.538 ,
1.249.476 , 1.249.407 , 1.248.063 , 1.247.487 , 1.251.101 ,
1.250.298 , 1.248.324 .

$M = 1.249.287$ $M(f/s) = 12.492$ $\sigma = 0,1\%$.

I — $t = 4.500$ seg. — $\theta = 0,75'$

975.268 , 974.841 , 974.907 , 969.288 , 968.177 , 970.451 ,
974.346 .

$M = 972.468$ $M(f/s) = 216,1$ $\sigma = 0,3\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.246.518 , 1.246.791 , 1.247.524 , 1.246.414 , 1.247.110 ,
1.246.751 , 1.247.478 , 1.247.165 , 1.246.502 , 1.246.660 .

$M = 1.246.891$ $M(f/s) = 12.468$ $\sigma = 0,03\%$.

MoK α_1 — amostra 141,2 μm

I — $t = 6.000$ seg. — $\theta = 0,75'$

945.643 , 945.782 , 942.203 , 941.108 , 944.316 , 941.617 .

$M = 943.444$ $M(f/s) = 157,2$ $\sigma = 0,2\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.246.441 , 1.247.508 , 1.246.929 , 1.244.957 , 1.246.429 ,
1.248.616 , 1.248.348 , 1.247.655 , 1.244.119 , 1.248.186 .

$M = 1.246.918$ $M(f/s) = 12.469$ $\sigma = 0,1\%$

I — $t = 6.000$ seg. — $\theta = 0,75'$

957.043 , 956.838 , 958.493 , 958.878 , 957.945 , 955.163 ,
962.092 , 958.939 , 958.920 .

$M = 958.256$ $M(f/s) = 159,7$ $\sigma = 0,2\%$

I_0 — $t = 100$ seg.

1.249.446 , 1.249.437 , 1.252.035 , 1.252.072 , 1.251.957 ,
1.250.679 , 1.250.537 , 1.250.534 , 1.251.712 , 1.253.202 .

$M = 1.251.161$ $M(f/s) = 12.511$ $\sigma = 0,1\%$

I — $t = 6.000$ seg. — $\theta = 0,75'$

965.805 , 969.151 , 964.864 , 966.127 , 963.347 , 957.100 .

$M = 964.399$ $M(f/s) = 160,7$ $\sigma = 0,4\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.251.679 , 1.205.463 , 1.251.689 , 1.251.100 , 1.249.991 ,
1.249.911 , 1.250.317 , 1.250.625 , 1.250.249 , 1.251.726 .

$M = 1.250.775$ $M(f/s) = 12.507$ $\sigma = 0,05\%$

$MoK\alpha_1$ — amostra 171,2 μm

I — $t = 10.800$ seg. — $\theta = 0,75'$

680.627 , 682.272 , 685.113 , 683.862 , 683.716 , 682.768 ,
680.244 , 676.396 .

$M = 681.874$ $M(f/s) = 63,13$ $\sigma = 0,4\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.257.716 , 1.256.260 , 1.258.174 , 1.259.269 , 1.256.958 ,
1.258.051 , 1.257.956 , 1.257.422 , 1.257.113 , 1.257.603 .

$M = 1.257.652$ $M(f/s) = 12.576$ $\sigma = 0,06\%$

I — $t = 10.500$ seg. — $0,75'$

634.324 , 633.334 , 632.991 , 633.196 , 633.477 , 634.144 ,
634.019 , 632.685 .

$M = 633.521$ $M(f/s) = 60,33$ $\sigma = 0,1\%$.

I_0 — $t = 100$ seg.

1.182.969 , 1.185.709 , 1.183.299 , 1.183.271 , 1.183.991 ,
1.182.063 , 1.184.042 , 1.183.121 , 1.184.473 , 1.185.328 .

$M = 1.183.855$ $M(f/s) = 11.838$ $\sigma = 0,1\%$.

$MoK\beta$ — amostra 131,4 μm

I — $t = 4.050$ seg. — $\theta = 0,6'$

1.014.857 , 1.015.291 , 1.014.806 , 1.014.071 , 1.014.717 ,
1.013.053 , 1.013.733 , 1.011.870 .

$M = 1.014.049$ $M(f/s) = 250,3$ $\sigma = 0,1\%$

I_0 — $t = 200$ seg.

983.824 , 979.669 , 981.375 , 981.337 , 981.870 , 979.285 ,
981.558 , 982.441 , 981.121 , 981.357 .

$M = 981.383$ $M(f/s) = 4.906$ $\sigma = 0,1\%$

I — $t = 4.050$ seg. — $\theta = 0,6'$

1.012.845 , 1.012.410 , 1.014.909 , 1.014.659 , 1.014.395 ,
1.015.990 , 1.017.607 , 1.015.802 , 1.016.409 , 1.015.023 .

$M = 1.015.004$ $M(f/s) = 250,6$ $\sigma = 0,1\%$

I_0 — $t = 200$ seg.

984.427 , 983.423 , 984.894 , 983.799 , 983.244 , 983.505 ,
983.310 , 982.887 .

$M = 983.686$ $M(f/s) = 4.918$ $\sigma = 0,06\%$

I — $t = 4.050$ seg. — $\theta = 0,6'$

1.023.302 , 1.024.858 , 1.027.851 , 1.027.435 , 1.026.533 ,
1.027.138 , 1.027.698 , 1.028.284 , 1.029.939 , 1.027.570 .

$M = 1.027.060$ $M(f/s) = 253,6$ $\sigma = 0,2\%$

I_0 — $t = 200$ seg.

996.045 , 994.874 , 996.662 , 993.432 , 994.489 , 993.424 ,
993.550 , 994.713 .

$M = 994.648$ $M(f/s) = 4.973$ $\sigma = 0,1\%$

MoK β — amostra 141,2 μm

I — $t = 4.800$ seg. — $\theta = 0,6'$

956.950 , 960.324 , 963.581 , 960.887 , 961.465 , 959.431 .

$M = 960.439$ $M(f/s) = 200,1$ $\sigma = 0,2\%$

I_0 — $t = 200$ seg.

988.328 , 985.910 , 988.278 , 987.567 , 986.821 , 987.938 ,
986.847 , 988.269 .

$M = 987.494$ $M(f/s) = 4.937$ $\sigma = 0,1\%$

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Stratton , J. A. , "Electromagnetic Theory" , McGraw Hill , New York , (1941) .
- [2] James , R. W. , "the Optical Principles of the Diffraction of X-Ray" , London , (1948) .
- [3] Agarwal , B. K. , " X-ray Spectroscopy " , Springer-Verlag , Berlin , (1979) .
- [4] Cusatis , C. , " Determinação da Dispersão Anômala de Raios-x em Silício " , Tese , Prof. Titular , Universidade Federal do Paraná , Curitiba , (1987) .
- [5] Azároff , L. V. et al. " X-Ray Diffraction " , McGraw Hill , New York , (1974) .
- [6] Gerward , L. , J. Phys. B , 14 , 3389 , (1981) .
- [7] Cromer , D. T. e Liberman , D. A. , Acta Cryst. , A37 , 267 , (1981) .
- [8] Storm , E. e Israel , H. , Nucl. Data Tables . A7 , 5.. (1970) .
- [9] Hildebrandt , G. , Stephenson , J. D. e Wagenfeld , H. , Z. Naturforsch , 32A , 697 , (1975) .
- [10] Person , E. , Efimov , O. N. , Phys. Stat. Sol. , A2 , 757 , (1970) .
- [11] Hildebrandt , G. , Stephenson , J. D. e Wagenfeld , H. , Z. Naturfodsch. , 28A , 588 , (1973) .
- [12] Sano , H. , Ohtaka , K. e Ohtsuki , Y. H. , J. Phys. Soc. Japan , 27 , 1254 , (1969) .

- [13] DeMarco , J.J. e Suortti , P. , Phys. Rev. , B4 , 1028, (1971) .
- [14] Gerward , L. , Z. Naturforsch , 37A , 451, (1982) .
- [15] Warren , B. E. , " X-Ray Diffraction " , Addison-Wesley Publishing Company , massachusetts , (1969) .
- [16] Ludewig , J. , Acta Cryst., A25 , 116 , (1969) .
- [17] International Tables for X-Ray Cristallography , Vol.IV Birmingham : Kynoch Press , (1974) .
- [18] Gerward , L. e Thuesen , G. , Z. Naturforsch , 32A , 588 , (1977) .
- [19] Balyuzzi , H. H. M. , Acta Cryst. , A31 , 600 , (1975).
- [20] Cromer , D. T. , J. Chem.Phys. , 50 , 4857 , (1969).
- [21] Gerward , L. , Nuclear Inst. and Methods , 181 , 11-14 (1981) .
- [22] Rodrigues , A.R.D. , Cusatis , C. e Mazzaro , I., Rev. de Fis. Aplic. e Instrumentação , 2 , vol.4 , 395 , (1987) .
- [23] Chipman , D. R. , Acta Cryst. , A25 , 209 , (1968) .
- [24] Gerward , L. , Thuesen , G. , Stibius Jensen , M. e Alstrup , I. , Acta Cryst. , A35 , 852 , (1979) .
- [25] Gerward , L. , LFT III Report no. 40 , Laboratory of Applied Physics III , Building 307 , Technical University of Denmark , DK-2800 Lyngby , Denmark (1982)
- [26] Pinsker , Z. G. , " Dynamical Scattering of X-Rays in Crystals " , Springer-Verlag , Berlin (1978).